

# Röntgenreflektometrie und diffuse Röntgenstreuung zur Charakterisierung von Grenzflächenrauheiten und Grenzflächenmorphologien im Bereich der Nanometrologie

Von der Gemeinsamen Naturwissenschaftlichen Fakultät  
der Technischen Universität Carolo-Wilhelmina

zu Braunschweig

zur Erlangung des Grades eines

Doktors der Naturwissenschaften

(Dr. rer. nat.)

genehmigte

D i s s e r t a t i o n

von Ingo Busch

aus Salzgitter

1. Referent: apl. Prof. Dr. U. Keyser

2. Referent: apl. Prof. Dr. J. Hesse

eingereicht am 19. Januar 2004

mündliche Prüfung (Disputation) am: 26. Mai 2004

Separat Anhang „Programmlisting der Simulation DiffXRR“



## **Vorveröffentlichungen der Dissertation**

Teilergebnisse aus dieser Arbeit wurden mit Genehmigung der Gemeinsamen Naturwissenschaftlichen Fakultät, vertreten durch die Mentorin oder den Mentor/die Betreuerin oder den Betreuer der Arbeit, in folgenden Beiträgen vorab veröffentlicht:

## **Publikationen**

Busch, I. & Stümpel, J. Investigation of interface roughness and roughness correlation in solid state multilayer by coplanar diffuse x-ray scattering. Appl. Surf. Sci. **212-213** (2003) 201-203

Thomsen-Schmidt, P.; Hasche, K.; Ulm, G.; Herrmann, K.; Krumrey, M.; Ade, G.; Stuempel, J.; Busch, I.; Schaedlich, S.; Schindler, S.; Frank, W.; Hirsch, D.; Procop, M. & Beck, U. Realisation and metrological characterisation of thickness standards below 100 nm. Applied Physics A, 2003 (im Druck)

## **Tagungsbeiträge**

Stümpel, J. & Busch, I. Investigation of the mesoscopic interface structure of thin films by X-ray scattering. Denver X-ray Conference 2003, DXC-2003, Denver, USA

Busch, I. & Stümpel, J. Diffuse X-ray scattering in the nanometrology of thin film systems and interfaces. Denver X-ray Conference 2003, DXC-2003, Denver, USA

Busch, I. & Stümpel, J. Charakterisierung von HL-Grenzflächen mit diffuser Röntgenstreuung: Vergleich von MBE, MOVPE und Sputter-Techniken. DPG-Frühjahrstagung, Regensburg, 2002

Busch, I. & Stümpel, J. Investigation of interface roughness and roughness correlation in solid state multilayer by coplanar diffuse x-ray scattering. 11. International Conference on Solid Films and Surfaces (ICSFS-11), Marseille, 2002, Frankreich

Busch, I. Schichtdickennormale für den Nanometerbereich. Anwendertreffen Bruker AXS, Eugendorf, 2002, Österreich

Busch, I. & Stümpel, J. Two dimensional scattering-images of lateral structured GaAs/AlAs systems as an example for diffuse X-ray scattering at interfaces. 11. International Conference on Solid Surfaces (ICSS-11), San Francisco 2001, USA

- Stümpel, J. & Busch, I. Die Charakterisierung innerer Grenzflächen durch Analyse der diffus gestreuten Röntgenintensität. Phillips Universität, Marburg, 2000
- Busch, I. & Stümpel, J. Charakterisierung strukturierter Grenzflächen durch Analyse der diffus gestreuten Röntgenintensität. Universität der Bundeswehr, München, 2000
- Busch, I. & Stümpel, J. Characterization of structured surfaces by the analysis of the diffuse scattered X-ray intensity. 10. International Conference on Solid Films and Surfaces (ICSFS-10), Princeton, 2000, USA
- Stümpel, J. & Busch, I. Two dimensional scattering-images of a holographic grating as an example for surface characterization by diffuse X-ray reflection. 10. International Conference on Solid Films and Surfaces (ICSFS-10), Princeton, 2000, USA

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Theoretische Grundlagen</b>	<b>5</b>
2.1	Streugeometrie . . . . .	6
2.2	Oberflächen und Grenzflächen . . . . .	11
2.2.1	Autokorrelationsfunktion und Leistungsdichtespektrum einer Grenzfläche . . . . .	14
2.2.2	Grenzflächensysteme und Korrelationsmatrix . . . . .	19
2.3	Streutheorie . . . . .	20
2.3.1	Lösung des ungestörten Systems; Schichtdickenbestimmung . . . . .	23
2.3.2	Lösung für ein System rauer Grenzflächen (DWBA) . . . . .	28
<b>3</b>	<b>Experimenteller Aufbau</b>	<b>33</b>
3.1	Aufbau des Labormessplatzes . . . . .	33
3.2	Auflösung und Kohärenz . . . . .	42
<b>4</b>	<b>Schichtdickenmessung</b>	<b>45</b>
4.1	Normale für die Röntgenreflektometrie und die Röntgenfluoreszenzanalyse . . . . .	45
4.2	Normale für die Ellipsometrie . . . . .	55
4.3	Normale für die Kraftmikroskopie . . . . .	57
4.4	Messunsicherheiten der Röntgenreflektometrie . . . . .	59

<b>5</b>	<b>Diffuse Röntgenstreuung</b>	<b>63</b>
5.1	Hochreflektive Vielschichtsysteme . . . . .	63
5.2	GaAs/AlAs-Vielschichtsysteme . . . . .	68
5.3	Diffuse Röntgenstreuung in der Metrologie . . . . .	79
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>81</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>84</b>
	<b>Anhang</b>	<b>93</b>
A.1	Verwendete Begriffe und Abkürzungen . . . . .	93
A.2	Gestufte Grenzflächen . . . . .	94
A.3	Literaturwerte . . . . .	96
A.4	Programm DiffXRR . . . . .	97

# Abbildungsverzeichnis

2.1	Flussdiagramm der diffusen Röntgenstreuung . . . . .	6
2.2	Definition der Streuebene . . . . .	7
2.3	Skizze der reziproken Ebene (Space Map) . . . . .	8
2.4	Spektrales Leistungsdichtespektrum (PSD) . . . . .	17
2.5	Rauheitsmodelle für Dünnschichtsysteme . . . . .	19
2.6	Potenzialverlauf an einer Festkörpergrenzfläche . . . . .	22
2.7	Skizze zur Fresnelschen Gleichung . . . . .	23
2.8	Bezeichnung der Teilstrahlen im Vielschichtsystem . . . . .	25
2.9	Lösungen der Helmholtz-Gleichung an einer Grenzfläche . . . . .	28
2.10	Skizze der vier Streufälle in der DWBA . . . . .	30
3.1	Aufbau des Messplatzes . . . . .	34
3.2	Skizze des Laborraums mit begehbarem Strahlenschutzraum . . . . .	35
3.3	Bild des Messaufbaus . . . . .	36
3.4	Göbelspiegel (Prinzipskizze) . . . . .	37
3.5	Probenhaltertisch . . . . .	40
4.1	Maßverkörperungen für Schichtdickenstandards (XRR/XRF) . . . . .	46
4.2	Prinzipieller Schichtaufbau der Dickenstandards für XRR/XRF . . . . .	47
4.3	Platinstandard mit nomineller Dicke von 10 nm . . . . .	50
4.4	Platinstandard mit nomineller Dicke von 50 nm . . . . .	51
4.5	Nickelstandard mit nomineller Dicke von 10 nm . . . . .	52
4.6	Nickelstandard mit nomineller Dicke von 50 nm . . . . .	53

4.7	Aufbau und Strukturierung der Ellipsometrienormale . . . . .	55
4.8	Messung an einem Schichtdickenstandard für die Ellipsometrie . . . .	56
4.9	Aufbau der Normale für die Rasterkraftmikroskopie . . . . .	58
4.10	Definition der Dicke einer ultradünnen Schicht für die XRR . . . . .	59
5.1	Space Map eines Mo/Si-Multilayersystems . . . . .	64
5.2	Simulation des diffus gestreuten Anteils bei einem EUV-Spiegel . . .	66
5.3	Aufbau GaAs/AlAs-Vielschichtsystem . . . . .	68
5.4	Stufenbildung durch rekonstruierte Grenzfläche . . . . .	69
5.5	Gestreute Intensität eines Multilayers mit Fehlwinkel (3D) . . . . .	70
5.6	Gestreute Intensität eines Multilayers mit Miscal (2D) . . . . .	72
5.7	Simulierte Space Map eines GaAs/AlAs-Vielschichtsystems . . . . .	74
5.8	Einfluss der vertikalen Korrelation auf die diffuse Streuung . . . . .	75
5.9	Gestufte Grenzflächen . . . . .	76
5.10	Projizierte Stufenlänge . . . . .	78
A.1	Gestufte Grenzflächen (Übersicht Teil 1) . . . . .	94
A.2	Gestufte Grenzflächen (Übersicht Teil 2) . . . . .	95
A.3	Beispielaufbau eines Vielschichtsystems für das Programm DiffXRR .	97
A.4	Beispiel einer Definitionsdatei für das Programm DiffXRR . . . . .	98
A.5	Flussdiagramm des Programms DiffXRR . . . . .	99



# Tabellenverzeichnis

2.1	Amplituden und Streuvektoren für die vier Streufälle . . . . .	31
4.1	Materialparameter ausgewählter Elemente . . . . .	48
4.2	Übersicht zu den Vergleichsmessungen an den Schichtdickenstandards	54
A.1	Verwendete Begriffe und Abkürzungen . . . . .	93
A.2	Wellenlängen $\lambda$ und Energien $E$ für charakteristische Röntgen- Emissionslinien einiger Elemente . . . . .	96



# Kapitel 1

## Einleitung

Die Entwicklungen im Bereich der Nanotechnologie führen neben dem Erkenntnisgewinn für die Grundlagenforschung zu neuen Anforderungen an die Metrologie. Das rasante Entwicklungstempo in der Halbleiterindustrie mit ihren angrenzenden Bereichen führt zur Herstellung nanostrukturierter Produkte mit Strukturgrößen von weniger als 100 nm. Im Bereich der magnetischen Speichersysteme, wie sie heute in jedem Personal Computer Verwendung finden, werden bereits Vielschichtsysteme mit Schichtdicken von wenigen Nanometern eingesetzt.

Die mesoskopische Struktur der Grenzflächen ist neben der Schichtdicke entscheidend für die Funktion der Bauteile. Die industrielle Fertigung macht eine präzise und verlässliche Messtechnik erforderlich, die gleichzeitig so einfach und effizient wie möglich in ihrer Anwendung ist. Die metrologische Grundlagenforschung ist hier gefordert, kurz- und mittelfristig neue Messmethoden zu entwickeln bzw. in der Grundlagenforschung eingesetzte Techniken hinsichtlich ihrer Eignung für die industrielle Praxis zu untersuchen.

Die Röntgenreflektometrie (XRR) ist eine Methode zur tast- und zerstörungsfreien Messung der Dicken ultradünner Schichten ( $d < 100$  nm), die kurzfristig als metrologisches Instrument etabliert werden kann. Im Rahmen dieser Arbeit werden Untersuchungen an Prototypen für Schichtdickennormale durchgeführt, die zeigen, inwieweit metrologische Anforderungen erfüllt sind. Die erreichbare Messgenauigkeit und Formulierung der zugehörigen Messvorschrift sind auch hier von wesentlichem Interesse. Darüberhinaus werden sowohl die Eignung der Röntgenreflektometrie als Referenzmethode für diesen Messbereich geprüft als auch die dazu notwendigen Voraussetzungen aufgezeigt.

Der zweite Teil der Arbeit ist der diffusen Röntgenstreuung gewidmet, bei der zusätzlich zu der spekulären Reflexion bei der Reflektometrie die angrenzenden diffusen Streuanteile gemessen werden. Die Streubilder derartiger Messung, die sogenannten Space Maps, enthalten detaillierte Informationen über die statistischen Eigenschaften der Grenzflächen von Vielschichtsystemen. Unsere Untersuchungen zielen auf den mittelfristigen Einsatz der Röntgenstreuung im Bereich der Nanometrologie.

Messungen an verschiedenen Vielschichtsystemen demonstrieren den Einsatz der Methode und umreißen die ermittelbaren Grenzflächenparameter wie Rauheiten und Korrelationslängen. Zusätzlich belegen sie die Realisierbarkeit der Methode an einem Labormessplatz. Besonderes Augenmerk liegt auf den GaAs/AlAs-Systemen, die aufgrund ihrer geringen Streuintensität hohe Anforderungen an die Messtechnik stellen. Die Struktur der mesoskopischen Grenzfläche beeinflusst gleichzeitig diverse Transportprozesse in diesen Systemen. Mit diesen Messungen wird zum einen die untere Messgrenze ermittelt, zum anderen zeigt sie einen Weg zur Korrelierung der Morphologie der Grenzflächen und den damit verbundenen Transportprozessen in niederdimensionalen Festkörpersystemen.

Die Interpretation der Streubilder erfordert die Modellierung der Vielschichtsysteme und die Simulation der Streuung von Röntgenstrahlen an diesen Systemen. Die in der Literatur beschriebenen Theorien werden vorgestellt, die sich in die zwei Hauptgebiete der Streutheorie und der Statistik rauer Grenzflächen gliedern lassen. Von zentraler Bedeutung ist dabei die Beschreibung des Streuprozesses durch die „Distorted Wave Born Approximation“ (DWBA). Auf ihrer Basis werden Computerprogramme zur Simulation der Streubilder entwickelt.

Basierend auf den durchgeführten Messungen und den theoretischen Untersuchungen wird die Anwendung der diffusen Röntgenstreuung in der Nanometrologie diskutiert.

Im nachfolgenden Kapitel wird ein Überblick über die theoretischen Grundlagen der diffusen Röntgenstreuung gegeben. Die für die Schichtdickenmessung notwendigen Grundlagen werden dabei ebenfalls beschrieben. Dem Kapitel vorangestellt ist eine Beschreibung der reziproken Ebene, auf der die nachfolgenden theoretischen Betrachtungen basieren.

Der experimentelle Aufbau wird im dritten Kapitel vorgestellt. Die an diesem Messplatz durchgeführten Messungen sind Inhalt der Kapitel vier und fünf. Zunächst werden die Schichtdickenmessungen exemplarisch an Prototypen zur Massverkörperung aufgezeigt, deren Unsicherheiten zum Teil deutlich kleiner als ein Nanometer sind. Die auf der Röntgenreflektometrie basierende Methode zur Herstellung eines Lateralnormal für Rasterkraftmikroskope (SFM) und eine allgemeine Unsicherheitsbetrachtung bilden den Abschluss des vierten Kapitels.

Das fünfte Kapitel ist der diffusen Röntgenstreuung gewidmet. Durch den Vergleich von Messungen und simulierten Space Maps wird die Leistungsfähigkeit des Labor-messplatzes aufgezeigt. Die Untersuchungen an III/V-Systemen zeigen die allgemeine Eignung zur Charakterisierung von Grenzflächen von Vielschichtsystemen auf. Eine Zusammenfassung beschließt diese Arbeit.



# Kapitel 2

## Theoretische Grundlagen

Die Analyse der Morphologie einer rauen Grenzfläche mit der diffusen Röntgenstreuung in koplanarer Geometrie gliedert sich im Wesentlichen in drei Abschnitte:

1. statistische Beschreibung rauer Grenzflächen,
2. Streutheorie für die vorliegende Geometrie und
3. Entwicklung eines Simulationsmodells.

Diese Punkte sind eine Abfolge von der allgemeinen zur speziellen Betrachtung. An einigen Stellen existieren zwischen den Punkten Überkreuzungen, so dass die lineare Abfolge der Beschreibung nicht vollständig gewährleistet ist. Bestimmte Aspekte der statistischen Beschreibung rauer Grenzflächen erschließen sich erst bei der Entwicklung der zugehörigen Streutheorie als sinnvolle Vorgriffe. Die Beziehungen der einzelnen Punkte für die theoretische Beschreibung sind in Abb. 2.1 in einer Übersicht dargestellt.

Die diffuse Röntgenstreuung in koplanarer Geometrie führt zu einer Abbildung des Streuzentrums, d. h. der rauen Grenzfläche, in den reziproken Raum. Diese entspricht im Wesentlichen einer Fouriertransformation<sup>1</sup> der Grenzfläche. Eine Rücktransformation des Streubildes ist aufgrund der fehlenden Phaseninformation der gestreuten Strahlung nicht eindeutig möglich (Phasenproblematik). Die statistische Beschreibung erfolgt daher konsequent, sowohl im realen als auch im reziproken Raum (Fourierraum). Die für die Röntgenstreuung benutzte DWBA ist eine semidynamische Theorie. Ausgehend von der Bornschen Näherung (BA) wird diese modifiziert, so

---

<sup>1</sup>Die von Sinha et al. [82] vorgestellte Theorie zeigt, dass das Streubild nicht exakt die Fouriertransformation der Grenzfläche ist. Auf diese Abweichung wird in Kap 2.4 eingegangen.

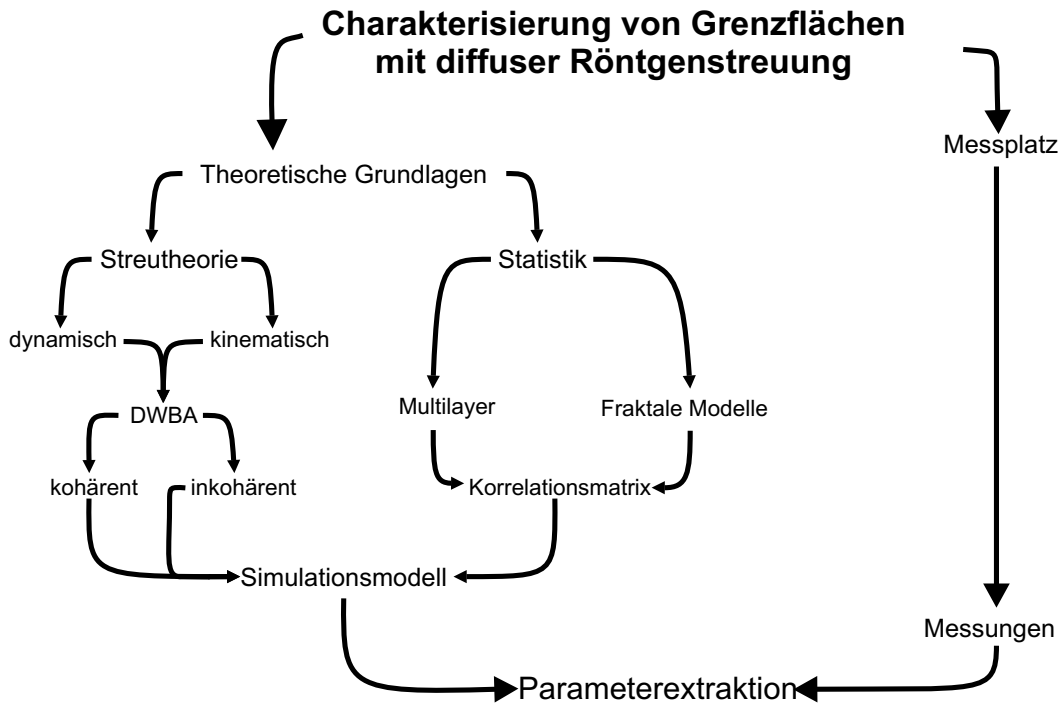


Abbildung 2.1: Flussdiagramm für die Modellierung von Streubildern rauer Grenzflächen und die Extraktion der statistischen Grenzflächenparameter laterale bzw. vertikale Korrelationslänge und Rauheit.

dass die bei der diffusen Röntgenstreuung auftretenden dynamischen Effekte (Mehrfachstreuung, Absorption etc.) Berücksichtigung finden. Auf die Grundzüge dieser Streutheorie wird in Abschnitt 2.3 eingegangen, wobei die formalen Ähnlichkeiten zur klassischen Kristallbeugung aufgezeigt werden [51]. Auf eine detaillierte Beschreibung dieser Theorie wird verzichtet, da umfassende theoretische Abhandlungen u. a. bereits in den Monografien von Holý et al. [39], Daillant [24] oder Tolan [92] zu finden sind.

Dem Kapitel vorangestellt ist eine Beschreibung und Definition spezieller Begriffe der diffusen Röntgenstreuung in koplanarer Geometrie. Abgeschlossen wird das Kapitel durch die Beschreibung der typischen Struktur der Streubilder von Festkörpersystemen mit rauen Grenzflächen.

## 2.1 Streugeometrie

Bei Messungen in koplanarer Geometrie liegen einfallender Strahl  $\vec{k}_i$ , reflektierter Strahl  $\vec{k}_f$  und die Oberflächennormale  $\vec{n}$  in einer Ebene (Streuebene). Die Einfall-



und Ausfallwinkel  $\alpha_i$  und  $\alpha_f$  werden in Bezug auf die mittlere Oberfläche gemessen. Sie variieren während der Messung zwischen null und ca. fünf Grad.

Für die folgenden Betrachtungen wird ein Koordinatensystem definiert, in dem die Streuebene und die xz-Ebene identisch sind. Der Ursprung des Koordinatensystems liegt in der Oberfläche; die z-Achse weist in Richtung Vakuum (vgl. Abb. 2.2).

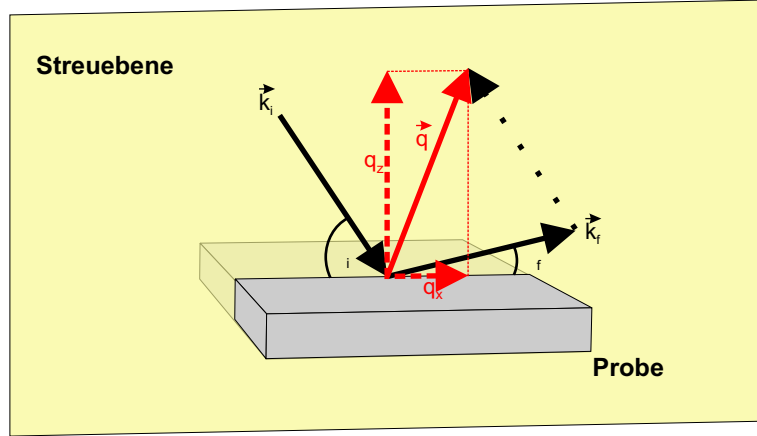


Abbildung 2.2: Definition der Streuebene mit den zugehörigen Vektoren für eine koplare Anordnung. Einfallender ( $k_i$ ), reflektierter Strahl ( $k_f$ ) und Normale zur Oberfläche (nicht eingezeichnet) liegen in einer Ebene ( $\rightarrow$  Streuebene). Der resultierende Streuvektor  $q$  hat daher in y-Richtung (d. h. senkrecht zur Streuebene) keinen Impulsübertrag. Lediglich die Komponenten  $q_x$  und  $q_z$  haben endliche Werte.

Die Reflexion an der Grenzfläche ergibt einen Impulsübertrag auf das Streuzentrum, mit dem der Röntgenstrahl in Wechselwirkung tritt. Der reziproke Streuvektor  $\vec{q}$  ergibt sich als Differenz aus ausfallendem Strahl  $\vec{k}_f$  und einfallendem Strahl  $\vec{k}_i$ :

$$\vec{q} := \vec{k}_f - \vec{k}_i. \quad (2.1)$$

Für die Komponenten des Streuvektors in koplanarer Geometrie ergeben sich die folgenden Transformationen:

$$\begin{aligned} q_x &= \frac{2\pi}{\lambda} (\cos \alpha_f - \alpha_i) \\ q_y &= 0 \\ q_z &= \frac{2\pi}{\lambda} (\sin \alpha_f + \alpha_i). \end{aligned} \quad (2.2)$$

In koplanarer Streuung findet ein Impulsübertrag ausschließlich in der Streuebene statt, d. h. die y-Komponente senkrecht zur Streuebene ist konstant Null. Die x- und z-Komponenten spannen die sogenannte reziproke Ebene auf. Ihre prinzipielle Gestalt ist in Abb. 2.3 wiedergegeben. Das zugehörige Streubild wird als Space Map

bezeichnet. Die relative Intensität der reflektierten Strahlung wird dazu farbcodiert über den  $q_x$ - und  $q_z$ -Koordinaten in der reziproken Ebene aufgetragen. Die Darstellung ist in der Regel normiert auf die maximale, reflektierte Intensität. Diese stellt sich im Bereich des kritischen Winkels ein und ist aufgrund der Totalreflexion der Röntgenstrahlung nahezu gleich der eingestrahnten Primärstrahlung.

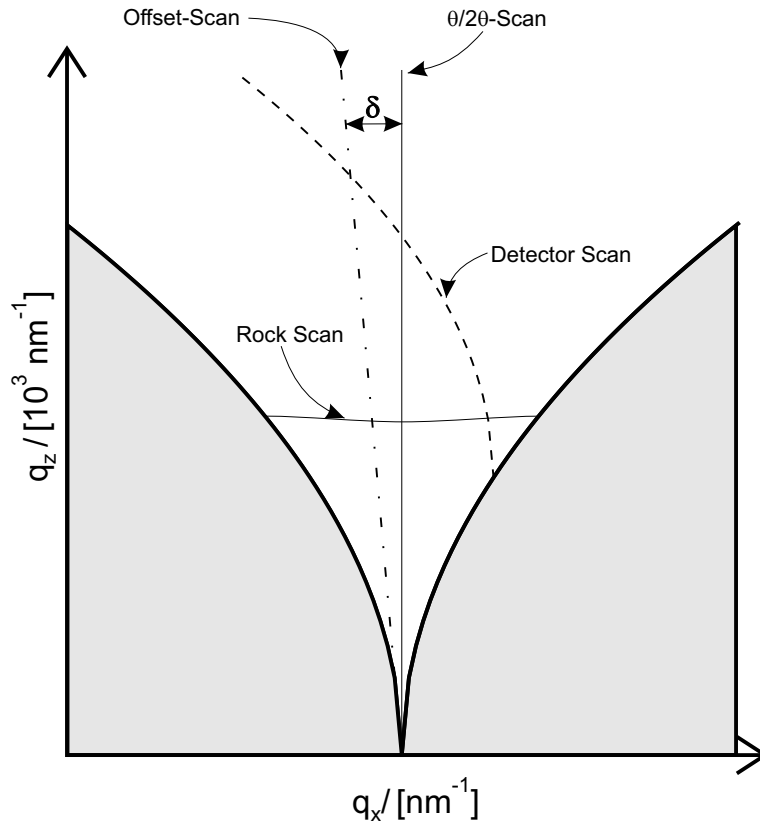


Abbildung 2.3: Die diffuse Röntgenstreuung führt zu einer Abbildung in der reziproken Ebene. Die Intensitätsverteilung der reflektierten Strahlung wird über den  $q_x$  und  $q_z$  Komponenten des Streuvektors  $q$  in der sog. Space Map dargestellt. Durch Variation von Einfall- ( $\alpha_i$ ) und Ausfallwinkel ( $\alpha_f$ ) der Strahlung ergeben sich unterschiedliche Positionen in der reziproken Ebene, die durch die vier eingezeichneten Scan-Modi ( $\theta/2\theta$ -, Rock-, Detector- und Offset-Scan) angefahren werden. Die einzelnen Scans werden im Text genauer erläutert. Die grauen Bereiche sind für die Reflektometrie nicht zugänglich, da hier  $\alpha_i$  oder  $\alpha_f$  kleiner als ist. Zu beachten ist, dass die  $q_x$ -Komponente um 2-3 Größenordnungen kleiner ist als die  $q_z$ -Komponente.

Für die diffuse Röntgenstreuung ist ausschließlich der helle Bereich in Abb. 2.3 zugänglich. Die grau unterlegten Bereiche sind nicht messbar, da hier entweder  $\alpha_i$  oder  $\alpha_f$  kleiner als Null ist, d. h. die Strahlung müsste die Proben durchdringen, was aufgrund der starken Absorption der Strahlung im Material nicht möglich ist.

Wesentliche Voraussetzung für Interferenz ist neben den Kohärenzbedingungen, dass die Wellenlänge  $\lambda$  der Strahlung vergleichbar mit den Dimensionen der zu untersuchenden Systeme ist. Die Abmessungen der Strukturen der Grenzflächen liegen für moderne Dünnschichtsysteme im Subnanometerbereich. Im Bereich der charakteristischen Röntgenlinien bietet sich die  $K_\alpha$ -Strahlung des Kupfers<sup>2</sup> mit einer Wellenlänge von  $\lambda_\alpha = 0,154$  nm an. Die Cu- $K_\alpha$ -Strahlung ist an die Dimensionen des Messobjektes angepasst und technologisch bei der Erzeugung von Röntgenstrahlung mit Laborquellen mit hoher Strahlungsleistung ( $P_{el} \approx 18$  kW) gut beherrschbar. Im Labormaßstab sind neben den Cu-Strahlern Röntgenröhren mit charakteristischer Molybdänstrahlung verfügbar, die eine vergleichbare Intensität besitzen. Die Wellenlänge der  $K_\alpha$ -Strahlung des Molybdän ist etwa halb so groß wie die des Kupfers. Die Absorption in Materie ist im Bereich der Röntgenstrahlen proportional zur Wellenlänge der Strahlung, d. h. die Eindringtiefe der Mo-Strahlung entsprechend höher.

Molybdän kommt bei den hier vorgestellten Messungen nicht zum Einsatz. Die Wellenlänge der Strahlung ist wesentlich kleiner als die Rauheiten und Strukturen der untersuchten Grenzflächen, so dass sich in diesem Fall wesentlich schwächere Interferenzbilder ergeben, deren Strukturen für eine Auswertung nicht ausreichend deutlich ausgeprägt sind.

Mit einem Zwei-Achsen-Goniometer sind die vier in Abb. 2.3 eingezeichneten Scanmodi nutzbar. Die Winkel  $\alpha_i$  und  $\alpha_f$  werden mit einem Goniometer kontrolliert. Die Details des Messaufbaus werden im dritten Kapitel vorgestellt. Die vier Scanlinien ergeben sich durch speziell koordinierte Bewegungen der beiden unabhängigen Achsen. Sie decken jeweils unterschiedliche Bereiche in der reziproken Ebene ab.

### Scanmodi des Zwei-Achsen-Goniometers

- $\theta/2\theta$ -Scan (Reflektogramm)

Bei diesem Scan wird in jedem Punkt die Bedingung  $\alpha_i = \alpha_f$  eingehalten. Wie aus den Gln. (2.2) ersichtlich ist, ergibt sich ein Impulsübertrag ausschließlich in z-Richtung, d. h. senkrecht zu den Grenzflächen. Dieser Scan enthält den spekulär reflektierten Anteil  $I_{\text{spek}}$  und einen darunterliegenden diffus gestreuten Anteil  $I_{\text{diffus}}$ , der durch die Grenzflächenrauigkeit hervorgerufen wird. Der  $\theta/2\theta$ -Scan wird in erster Linie zur Schichtdickenbestimmung benutzt.

---

<sup>2</sup>Diese setzt sich zusammen aus dem Dublett  $K_{\alpha_1}$  und  $K_{\alpha_2}$  mit einem Intensitätsverhältnis von rund 2:1.

- Rock Scan ( $\omega$ -Scan)

Der Detektor wird auf einen festen Winkel  $2\theta$  ( $2\theta = \alpha_i + \alpha_f$ ) in Bezug auf den einfallenden Strahl eingestellt. Der Einfallswinkel  $\alpha_i$  wird durch Drehung der Probe um die  $\omega$ -Achse zwischen Null Grad und  $2\theta$  variiert. Es gilt:  $\alpha_i + \alpha_f = 2\theta$ . Bei exakter Analyse der Gln. (2.2) ergibt sich für diesen Scan ein Kreis durch die reziproke Ebene. Der Krümmungsradius  $R$  ist so groß, dass der Rock Scan praktisch eine horizontale Linie ist. Die  $q_x$ -Komponente ist nahezu konstant mit:

$$q_z = \frac{4\pi}{\lambda} \sin(2\theta/2).$$

Der Rock Scan wird auch als transversaler bzw. diffuser Scan bezeichnet.

- Detector Scan

Der Einfallswinkel  $\alpha_i$  wird auf einen festen Wert eingestellt und der Ausfallswinkel  $\alpha_f$  durch die Bewegung des Detektors variiert. Bei diesem Scan wird an einem Punkt in der reziproken Ebene die Bedingung  $\alpha_i = \alpha_f$  für die spekuläre Reflexion erfüllt. Im Wesentlichen wird bei diesem Scan der diffus gestreute Anteil gemessen, wobei sich beide Komponenten des Streuvektors ändern. Der Detector Scan ist eine Parabel durch die reziproke Ebene.

- Offset-Scan

Für diesen Scan gilt die Bedingung:  $\alpha_i = \alpha_f + \delta$ , d. h. bei diesem Scan wird in unmittelbarer Nachbarschaft des spekulär reflektierten Anteils der diffuse Anteil des Streubildes vermessen. Aufgrund der endlichen Auflösung des Messaufbaus muss für den Offsetwinkel  $\delta$  eine Mindestgröße gewählt werden, um die Messung von spekulären Anteilen zu vermeiden. Mit Hilfe des Offset Scans wird der dem spekulären Reflex  $I_{\text{spek}}$  überlagerte diffuse Streuanteil  $I_{\text{diffus}}$  getrennt.

Die Messung des gesamten Streubildes (Space Map) erfolgt wahlweise durch Serien von Rock Scans oder Detector Scans. Zur Ermittlung der Schichtdicken der Proben wird zusätzlich ein  $\theta/2\theta$ -Scan durchgeführt.

## 2.2 Oberflächen und Grenzflächen

Der Übergang vom Inneren eines Festkörpers zum Vakuum wird durch eine sehr dünne Schicht gebildet, die die Oberfläche eines Festkörpers prägt. Im Fall kristalliner Festkörper ist diese wenige Atomlagen (3-5) dick. Innerhalb dieser Übergangsschicht ändern sich verschiedene kritische Parameter, wie z. B. der magnetische Fluss  $\vec{B}$ , der in das Innere eines Supraleiters (Meißner-Ochsenfeld-Effekt) eindringt. Typisch ist hier der exponentielle Verlauf vom Vakuumwert auf den zugehörigen Volumenwert des Festkörpers. Charakteristische Größe ist die Strecke, auf der der Wert auf den 1/e-ten-Teil abgesunken ist. Im Fall des Meißner-Ochsenfeld-Effekt ist das Innere des Supraleiters feldfrei. Die Strecke  $\xi_B$  auf der die Feldstärke auf den e-ten-Teil abgesunken ist, wird als Eindringtiefe bezeichnet [26]. Dieses Ausbilden von Übergangsschichten an Ober- und Grenzflächen findet sich in allen Festkörpern, unabhängig vom jeweiligen Phasenzustand des Materials (kristallin, polykristallin, amorph etc.). Bei Einkristallen kommt der Bindungslänge, d. h. der Gitterkonstante eine dominierende Rolle zu. Sie relaxiert von dem Wert des ungestörten Kristalls tief im Innern zu den Längen für die erste Atomlage, d. h. es findet eine Oberflächenrekonstruktion statt. Dieser Ausbildung von Übergangsschichten an den Grenzflächen bekommt bei der Messung der Dicken an ultradünnen Schichten eine große Bedeutung zu, da hier eine exakte, reproduzierbare Definition der Grenzen dieser Schicht erforderlich ist.

Die Beugung der Röntgenstrahlen in Festkörpern basiert auf der Wechselwirkung der Strahlung mit den Elektronen der Atome. Speziell für die diffuse Röntgenstreuung in koplanarer Geometrie ergibt sich das Streubild aus der Variation der Elektronendichte. Diese ist proportional zur Dichte des Materials, d. h. mit der Röntgenbeugung werden Dichteveriationen analysiert. Für den Fall der diffusen Röntgenstreuung werden aufgrund der gewählten Streugeometrie die Dichteveriationen an den Festkörpergrenzflächen<sup>3</sup> analysiert.

Eine alternative Betrachtungsweise für Grenzflächen ergibt sich durch folgende Modellvorstellung: Der Volumenkristall ist ein dreidimensionales System. Wird die Ausdehnung des Systems in einer Raumrichtung unterhalb eines kritischen Werts limitiert, spricht man von einem niederdimensionalen System. Im Fall der Grenzflächen ergibt sich ein zweidimensionales System. Damit spielen Grenzflächen bei der Erforschung niederdimensionaler Systeme eine bedeutende Rolle. Ein prominenter Vertreter dieser Systeme ist z. B. der Quanten-Hall-Effekt, bei dem die Beweglichkeit der Elektronen in zwei Raumrichtungen kontinuierlich ist, senkrecht zu diesen ist sie quantisiert, d. h. die Zustandsdichte weist in dieser Richtung diskrete Niveaus auf.

---

<sup>3</sup>Oberflächen stellen einen Spezialfall der allgemeinen Festkörpergrenzfläche dar, bei der das zweite an der Formierung der Grenzfläche beteiligte Material Vakuum bzw. Luft ist.

Bei einer idealen, d. h. glatten, Grenzfläche ändert sich die Dichte  $\rho$  senkrecht zur Grenzfläche in einem Sprung. Bei einer rauen Grenzfläche ändert sich die Dichte stetig zwischen den jeweiligen Werten der Schichten (siehe Abb 2.6). Damit wird die Dichtevariation der Grenzfläche zurückgeführt auf eine Änderung der Atomlage  $z(x, y)$  am Ort  $(x, y)$  in Bezug auf die mittlere Grenzfläche  $\bar{z}$ :

$$\bar{z}(\vec{\rho}) = \frac{1}{A} \int_A z(\vec{\rho}) d\rho \quad \vec{\rho} = (x, y). \quad (2.3)$$

Es wird ein Koordinatensystem angenommen, bei dem die mittlere Grenzfläche  $\bar{z}$  mit der xy-Ebene identisch ist.

Für die weiteren Ausführungen wird für die Betrachtung der Grenzfläche übergegangen von der makroskopischen Dichte  $\rho$  zur Höhenfluktuationsfunktion  $z(\vec{\rho})$ , die sich auf die in Gl. (2.3) definierte mittlere Grenzfläche  $\bar{z}(\vec{\rho})$  bezieht. Damit werden zwei Schwierigkeiten in der Argumentation beseitigt:

1. Wie kann die makroskopische Dichte  $\rho$  in der mikroskopischen Bereich, d. h. für ultradünne Schichten, skaliert werden?
2. Dem Aufbau der Schichten aus einzelnen Atomen wird Rechnung getragen. Der Aufbau der Grenzfläche wird durch die Lage der einzelnen Atome bestimmt, die Höhenfluktuationsfunktion  $z(\vec{\rho})$  ist damit identisch mit der Lage der Atome in dem bereits eingeführten Koordinatensystem, d. h. die Topografie der Grenzfläche wird in  $z(\vec{\rho})$  abgebildet.

Die Allgemeinheit der nachfolgenden Formulierungen bleibt weiterhin bestehen.

Die diffuse Röntgenstreuung ist eine inhärent statistische Methode, die die Grenzfläche in den reziproken Raum abbildet. Bei der Vermessung der Streubilder werden ausschließlich die Intensitätsverteilungen der gestreuten Photonen gemessen. Die zusätzliche Phaseninformation der Photonen geht bei dieser Messung verloren. Damit ist eine vollständige Rücktransformation in den realen Raum unmöglich (Phasenproblematik). Zur Analyse der Streubilder werden Modelle der Grenzfläche entworfen, die den entsprechenden Streutheorien unterworfen und mit den gemessenen Streubildern verglichen werden. Die Streubilder sind in erster Näherung die Fouriertransformationen der realen Grenzflächentopografie (nach Entwicklung des vollständigen Formalismus wird deutlich, dass das Streubild nicht exakt die Fouriertransformation ist). Die diffuse Röntgenstreuung in koplanarer Geometrie liefert Aussagen über die Morphologie der Grenzfläche.

### Ergodenhypothese

Eine der Grundlagen der statistischen Physik ist die Ergodenhypothese. Sie findet bei der Beschreibung rauer Grenzflächen in abgewandelter Formulierung Anwendung: Die gesamte Grenzfläche, beschrieben durch die Höhenfluktuationsfunktion  $z(x, y)$ , ist der Makrozustand. Die Grenzfläche wird unterteilt in Untersysteme, die jeweils die statistischen Merkmale des Makrozustands aufweisen (Ensemble). Im Fall der rauen Grenzfläche sind diese Ensemble Teilstücke der Grenzfläche, deren Fläche durch die Korrelationslänge  $\xi_{\parallel}$  definiert ist. Jeder Flächenbereich (Ensemble) stellt eine *mögliche* Repräsentation des Makrozustands dar; der Mittelwert aller Ensemble ist wiederum verträglich mit dem Makrozustand. Im Rahmen der Ergodenhypothese wird angenommen, dass im Laufe der Zeit vom System alle möglichen Mikrozustände angenommen werden. Bei rauen Grenzflächen handelt es sich allerdings um ein stationäres statistisches System, d. h. in diesem Fall existieren alle Mikrozustände zeitlich parallel aber räumlich getrennt [53]. Für den Fall einer unendlichen Ausdehnung ist eine raue Grenzfläche ein stationäres, ergodisches System. Im Allgemeinen lässt sich diese Forderung abschwächen zu: Die Ausdehnung der Grenzfläche ist wesentlich größer als die zugehörige Korrelationslänge.

Für die Messungen an rauen Grenzflächen folgt aus der Ergodenhypothese die Forderung, dass der Messbereich (hier die beleuchtete Fläche) wesentlich größer sein muss als die zugehörige Korrelationslänge des Systems.

### 2.2.1 Autokorrelationsfunktion und Leistungsdichtespektrum einer Grenzfläche

Ausgangspunkt für die statistische Beschreibung rauer Grenzflächen ist die Autokorrelationsfunktion  $C(\vec{\rho})$  mit  $\vec{\rho} = (x, y)$ , die folgendermaßen definiert ist:

$$\begin{aligned} C(\vec{R}) &= \lim_{A \rightarrow \infty} \frac{1}{A} \int_A d\vec{\rho} z(\vec{\rho}) z(\vec{\rho} + \vec{R}) \\ &= \langle z(\vec{\rho}) z(\vec{\rho} + \vec{R}) \rangle. \end{aligned} \quad (2.4)$$

Die Höhe  $z$  der Grenzfläche an einem Aufpunkt  $\vec{\rho}$  wird hier in Beziehung zu einem zweiten Punkt der Grenzfläche im Abstand  $\vec{R}$  gesetzt. Für  $\vec{R} \rightarrow \infty$  geht  $C(\vec{R})$  über in die Varianz  $\sigma$  der Grenzfläche:

$$\sigma^2 = C(\vec{R} = 0) = \langle z(\vec{\rho})^2 \rangle. \quad (2.5)$$

Im Fall rauer Grenzflächen wird diese als die RMS-Rauigkeit  $\sigma$  bezeichnet<sup>4</sup>.

Eine weitere Größe zur statistischen Beschreibung ist die mittlere quadratische Abweichung  $g(\vec{R})$  der Höhen zweier Punkte der Grenzfläche:

$$g(\vec{R}) = \langle [z(\vec{\rho}) - z(\vec{\rho} + \vec{R})]^2 \rangle. \quad (2.6)$$

Ziel ist es nun, für den Fall rauer Grenzflächen eine Formulierung für  $g(\vec{R})$  zu finden. Dabei wird auf die Theorie zur Beschreibung fraktaler Objekte zurückgegriffen (vgl. [59]). Theoretische Untersuchungen zur Formierung von Grenzflächen zeigen, dass sich bei rauen Grenzflächen die typischen exponentiellen Skalierungsgesetze fraktaler Objekte finden lassen [9], d. h. es handelt sich bei rauen Grenzflächen um selbstaffine, fraktale Objekte. Für  $g(\vec{R})$  ergibt sich aus diesen Überlegungen:

$$g(\vec{R}) \propto R^{2h} \quad (0 < h < 1) \quad (2.7)$$

mit dem Hurst-Parameter  $h$ . Dieser entstammt den Skalierungsgesetzen selbstaffiner Objekte. Er beschreibt die Änderung der senkrechten Skala (d. h. der Rauheit) bei Streckung der lateralen Skala [9].

---

<sup>4</sup>Im technologischen Sprachgebrauch wird diese auch als  $R_a$ -Wert bezeichnet.



Der Hurst-Parameter stellt gleichzeitig die Verbindung der fraktalen Hausdorff-Dimension  $D^H$  der rauen Grenzfläche mit der euklidischen Dimension  $D^E$  her:

$$D^H = D^E + 1 - h. \quad (2.8)$$

Die euklidische Dimension für eine glatte Grenzfläche ist  $D^E = 2$ .

Die physikalische Interpretation der Gl. (2.7) ist folgende: Mit zunehmendem  $\vec{R}$  wird der betrachtete Ausschnitt der Grenzfläche größer. Da nach Gl. (2.7)  $g(\vec{R})$  eine monoton steigende Funktion ist, steigt die Rauheit der Grenzfläche mit zunehmender Fläche (repräsentiert durch  $\vec{R}$ ) über alle Grenzen, d. h.  $\sigma \rightarrow \infty$  für  $\vec{R} \rightarrow \infty$ . Dies entspricht nicht dem Verhalten realer Grenzflächen, die bei makroskopischer Betrachtung glatt erscheinen, im mikroskopischen Bereich hingegen die Rauheit  $\sigma$  aufweisen. Bei realen Grenzflächen gilt:

$$\lim_{\vec{R} \rightarrow \infty} g(\vec{R}) = \sigma^2. \quad (2.9)$$

Für eine realistische Beschreibung wird die Funktion  $g(\vec{R})$  mit einer Abschneidefunktion (cutoff) im Limes auf  $\sigma^2$  begrenzt. Es gilt:

$$g(\vec{R}) = 2\sigma^2 \left( 1 - \exp \left( -\frac{R}{\xi_{\parallel}} \right)^{2h} \right). \quad (2.10)$$

Der zugehörige Ausdruck für die Autokorrelationsfunktion  $C(\vec{\rho})$  ergibt sich mit folgenden Umformungen: Aus Gl. (2.6) folgt weiter:

$$g(\vec{R}) = 2 \langle z(\vec{\rho})^2 \rangle - 2 \langle z(\vec{\rho}) z(\vec{\rho} + \vec{R}) \rangle \quad (2.11)$$

und mit  $\langle z(\vec{\rho})^2 \rangle = \sigma^2$  ergibt sich:

$$g(\vec{R}) = 2\sigma^2 - 2 \langle z(\vec{\rho}) z(\vec{\rho} + \vec{R}) \rangle. \quad (2.12)$$

Damit folgt endgültig mit Gl. (2.4) und (2.5):

$$C(\vec{\rho}) = \sigma^2 - \frac{1}{2}g(\vec{\rho}). \quad (2.13)$$

Für eine makroskopisch glatte Grenzfläche mit einer mikroskopischen Rauheit  $\sigma$  ergibt sich damit eine Autokorrelationsfunktion  $C(\vec{\rho})$ .

Es gilt:

$$C(\vec{\rho}) = \sigma^2 \exp \left( -\frac{R}{\xi_{\parallel}} \right)^{2h}. \quad (2.14)$$

In Gl. (2.10) wird mit der Abschneidefunktion die Korrelationslänge  $\xi_{\parallel}$  eingeführt. Sie gibt den Abstand an, in der die Autokorrelationsfunktion  $C$  um den Faktor  $1/e$  abgefallen ist. Gleichzeitig definiert sie auch den Abstand  $|\vec{R}|$ , bei dem der Übergang von der mikroskopischen zur makroskopischen Beschreibung stattfindet, d. h. in der die Grenzfläche nicht ein selbstaffines Objekt ist, sondern glatt erscheint. Diese Längenskala ist identisch mit dem Radius des oben angeführten statistischen Ensembles (vgl. Ergodenhypothese).

Die Korrelationslänge ist neben der Rauheit  $\sigma$  der zweite bedeutende Parameter zur Beschreibung der Morphologie rauer Grenzflächen. Ihre Größe wird wesentlich durch physikalische Mechanismen bei der Formierung der Grenzflächen (z. B. der Diffusionslänge) bestimmt.

### Spektrales Leistungsdichtespektrum

Die Transformation der Autokorrelationsfunktion  $C$  in den Fourierraum führt zu einem zweiten Konzept, zur statistischen Beschreibung rauer Grenzflächen. Sie wird als spektrales Leistungsdichtespektrum (Power Spectral Density, PSD) bezeichnet [68]. Die Fouriertransformation der Höhenfunktion  $z(\vec{\rho})$  liefert mit

$$\tilde{z}(\vec{q}_{\parallel}) = \int z(\vec{\rho}) \exp \left( -i\vec{\rho}_{\parallel} \cdot \vec{r} \right) d\vec{\rho} \quad (2.15)$$

die Amplitude und die Phase des Rauheitsspektrums. Die PSD ist definiert durch:

$$\tilde{C}(\vec{q}_{\parallel}) := \left| \tilde{z}(\vec{q}_{\parallel}) \right|^2, \quad (2.16)$$

d. h. die PSD ist eine positive Funktion. Die morphologischen Eigenschaften der Grenzfläche sind durch die PSD ebenfalls vollständig bestimmt. Das Wiener-Khintchine-Theorem legt weiterhin fest:

$$\tilde{C} = \int C(\vec{R}) \exp \left( -i\vec{q}_{\parallel} \cdot \vec{R} \right), \quad (2.17)$$

d. h. die Fouriertransformation der Autokorrelationsfunktion  $C$  liefert ebenfalls die PSD.

Für die Rauheit  $\sigma$  folgt aus Gl. (2.17) sofort:

$$\sigma^2 = C(0) = \int_0^\infty \tilde{C}(q_{\parallel}) dq_{\parallel}. \quad (2.18)$$

Diese Beziehung ist von fundamentaler Bedeutung für die Messung von Rauheiten im Allgemeinen. Sie hat Einfluss auf die Genauigkeit der Messung, sowohl für die diffuse Röntgenstreuung, als auch für andere Methoden, wie z. B. der Rauheitsmessung mit SFM. In der technischen Umsetzung kann die vollständige Messung des Integrals nicht gewährleistet werden. Daher gilt in der Praxis die Näherung:

$$\sigma^2 \approx \int_{q_{\min}}^{q_{\max}} \tilde{C}(q_{\parallel}) dq_{\parallel}. \quad (2.19)$$

Die Grenzen sind hierbei durch die Wellenlänge der verwendeten Strahlung ( $q_{\max}$ ) und die Größe der kohärent beleuchteten Fläche ( $q_{\min}$ ) bestimmt. Für den Fall der Analyse von Oberflächen mit Kraftmikroskopen sind die Grenzen: die abgetastete Fläche ( $q_{\min}$ ) und der Radius der Tastspitze ( $q_{\max}$ ). Beispiele für eine PSD sind in Abb. 2.4 wiedergegeben.

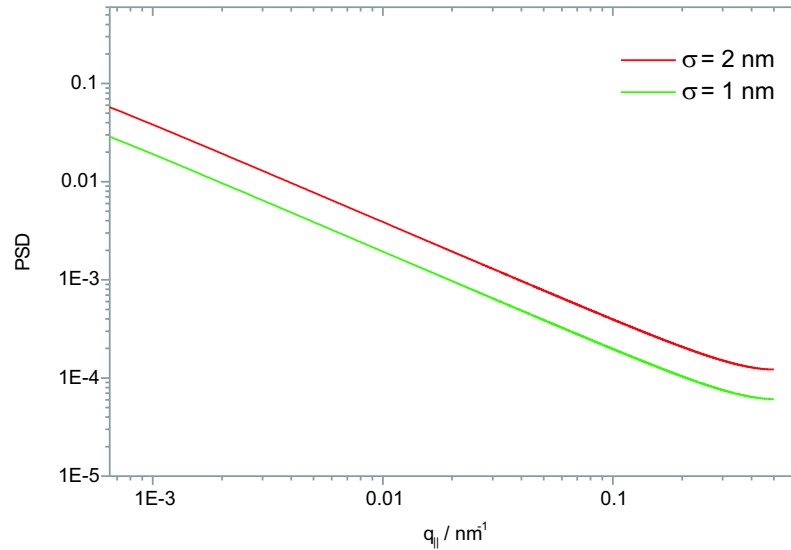


Abbildung 2.4: Spektrales Leistungsdichtespektrum (PSD) einer rauen Grenzfläche auf Grundlage der theoretischen Korrelationsfunktion nach Gl. 2.14 für eine RMS-Rauheit von  $\sigma = 1 \text{ nm}$  und  $\sigma = 2 \text{ nm}$ . Dargestellt ist eine FFT mit 10.000 Stützstellen. Korrelationslänge  $\xi_{\parallel} = 500 \text{ nm}$ , Hurst-Parameter  $h = 0.3$

Das Diagramm verdeutlicht, dass insbesondere die Wahl der unteren Integrationsgrenze, d. h. die analysierte Fläche, den systematischen Fehler bei der Bestimmung

der Rauheit  $\sigma$  stark beeinflusst. Zu beachten ist hierbei die doppelt-logarithmische Auftragung. Die Abweichungen zwischen tatsächlicher Rauheit  $\sigma$  und gemessener Rauheit  $\sigma'$  wächst exponentiell mit der Variation der unteren Integrationsgrenze.

Ausgehend von der Korrelationsfunktion  $C(\vec{R})$  bzw. von seiner Fouriertransformation  $\tilde{C}(q_{\parallel})$  kann mit Hilfe der Fourier-Filter-Methode eine mögliche Repräsentation der Grenzfläche durch eine Simulation generiert werden. Umfangreiche Untersuchungen zur Realisierung von Grenzflächen mit dieser Methode im realen Raum sind z. B. bei Stettner [88] oder Tolan [92] zu finden.

### 2.2.2 Grenzflächensysteme und Korrelationsmatrix

Die bisher abgeleiteten Beziehungen für die Beschreibung von Grenzflächenmorphologien müssen für die Anwendung auf Dünnschichtsystemen erweitert werden. Die einzelnen Grenzflächen sind durch dünne, homogene Schichten von bis zu einigen zehn Nanometern getrennt. In Abbildung 2.5 sind die bei diesen Systemen auftretenden Rauheitsklassen dargestellt. Besonders bei sehr dünnen Schichten replizieren sich die Oberflächenstrukturen durch die Schichten, d. h. es liegt korrelierte Rauheit vor.

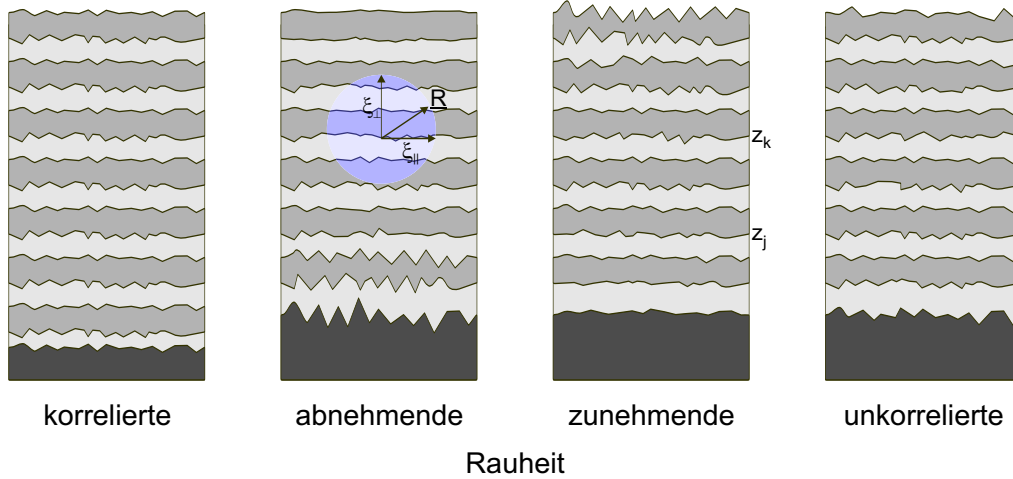


Abbildung 2.5: Rauheitsmodelle für Dünnschichtsysteme. Bei einer vollständig korrelierten Rauheit (links) replizieren sich die Oberflächen der ersten Grenzfläche in allen weiteren Grenzflächen. Bei unkorrelierten Systemen (rechts) sind die einzelnen Grenzflächen topografisch unabhängig voneinander. Weitere mögliche Modelle sind in den mittleren Skizzen verdeutlicht. Zur Charakterisierung der Korrelation der Rauheiten in einem System werden die Korrelationslängen  $\xi_{\perp}$  und  $\xi_{\parallel}$  für die vertikale und laterale Korrelation eingeführt und zu einem Umgebungsvektor  $\vec{R}$  kombiniert.

Die Beschreibung solcher Systeme geschieht durch die Erweiterung der bei Gl. (2.4) definierten Korrelationsfunktion auf den dreidimensionalen Fall mit:

$$\mathbf{C}_{jk}(\vec{R}) = \left\langle z_j(\vec{\rho}) z_k(\vec{\rho} + \vec{R}) \right\rangle_{\rho} \quad j, k = 1, \dots, N. \quad (2.20)$$

Mit den Laufindizes  $j$  und  $k$  werden zwei Grenzflächen aus dem System mit  $N$  Grenzflächen benannt. Die Nummerierung startet mit der Oberfläche,  $N$  ist die Grenzfläche zum Substrat und  $N + 1$  die Rückseite der Probe. Für den Fall  $j = k$  ergibt sich die bereits bekannte Definition der Autokorrelationsfunktion  $C$  für eine einzelne Grenzfläche.

Der Abstandsvektor  $\vec{R}$  zerfällt in eine laterale Komponente  $\vec{R}_{\parallel}$  innerhalb der Grenzfläche und den dazu normalen Anteil  $R_z$ . Für den lateralen Anteil der Korrelationsmatrix gilt die in Gl. (2.14) für eine einzelne Grenzfläche aufgestellte Beziehung. Für die senkrechte Komponente wird eine Dämpfungsfunktion für die Replikation der Oberflächenstrukturen angenommen:

$$\mathbf{C}_{jk}(\vec{\rho}) = \mathbf{C}_{jj}(\vec{\rho}) \exp\left(-\frac{|z_j - z_k|}{\xi_{\perp}}\right). \quad (2.21)$$

Die Replikation der Oberflächenschichten wird in diesem Modell durch eine senkrechte Korrelationslänge  $\xi_{\perp}$  beschrieben. Ein Wert für  $\xi_{\perp}$ , kleiner als die mittlere Schichtdicke, beschreibt ein vollständig unkorreliertes System. Bei einer Korrelationslänge, die größer ist als die Dicke des gesamten Dünnschichtsystems, handelt es sich um ein vollständig korreliertes System (vgl. Abb. 2.5).

## 2.3 Streutheorie

Die Streuung an einer rauen Grenzfläche wird durch die Helmholtz-Gleichung

$$(\Delta + K^2)|E\rangle = V(\vec{r})|E\rangle \quad (2.22)$$

beschrieben. Sie ergibt sich aus der Betrachtung der Maxwell'schen-Gleichungen an der Grenzfläche zweier optischer Medien. Es wird vereinfachend nur die Ausbreitung des  $\vec{E}$ -Felds betrachtet<sup>5</sup>. Für den Wellenvektor  $K$  gilt weiterhin:

$$k = \frac{\omega}{c} \quad (2.23)$$

mit der Kreisfrequenz  $\omega$  und der Lichtgeschwindigkeit  $c$ . Das Potenzial  $V(\vec{r})$  mit dem die elektromagnetische Welle  $|E\rangle$  in Wechselwirkung tritt, wird im vorliegenden Fall durch den komplexen Brechungsindex  $n$  beschrieben. Die Helmholtz-Gleichung vereinfacht sich für Röntgenstrahlen unter streifendem Einfall zu einer skalaren Gleichung, da der Unterschied zwischen dem Brechungsindex für p- und s-Polarisation ungefähr  $10^{-6}$  ist.

---

<sup>5</sup>Das  $\vec{H}$ -Feld gewinnt erst bei der Streuung polarisierter Röntgenstrahlung an magnetischen Materialien an Bedeutung.

Für den Fall des streifenden Einfalls kann die Ausbreitung des Wellenfeldes im Innern des Festkörpers durch einen komplexen Brechungsindex  $n$  mit

$$n = 1 - \delta + i\beta \quad (2.24)$$

beschrieben werden ( $\delta$ : Dispersion,  $\beta$ : Absorption). Der Formalismus wird analog zur Beschreibung im optischen Bereich des elektromagnetischen Spektrums entwickelt. Die elektromagnetische Welle bewirkt eine Anregung der Hertzschen Oszillatoren, d. h. der Elektronen in der Atomhülle. Die Frequenz  $\omega$  der anregenden Welle liegt im Fall der Anregung mit Röntgenstrahlen weit oberhalb der Resonanzfrequenz  $\omega_0$  der Oszillatoren. Von den Oszillatoren geht eine neue elektromagnetische Welle gleicher Frequenz aus, die ihrerseits die anderen Oszillatoren anregt. Insgesamt ergibt sich dann im Kristall ein stehendes Wellenfeld für das dynamische Gleichgewicht. Eine Beschreibung dieses Wellenfeldes geschieht z. B. im Rahmen der von P. Ewald entwickelten dynamischen Theorie der Kristallbeugung ([29] und [30]).

Für den Fall kleiner Winkel (in Bezug auf die Grenzfläche) erscheint der Festkörper als homogenes Medium. Die Dispersion  $\delta$  und die Absorption  $\beta$  werden näherungsweise beschrieben durch (vgl. [42]):

$$\delta = \frac{r_e \lambda^2}{2\pi} \frac{\rho}{\sum_k Z_k} \sum_{k=1}^{m_i} (f_k^0 + f_k') \quad (2.25)$$

und

$$\beta = \frac{r_e \lambda^2}{2\pi} \frac{\rho}{\sum_k Z_k} \sum_{k=1}^{m_i} f_k''. \quad (2.26)$$

Dabei ist  $\lambda$  die Wellenlänge der Röntgenstrahlung,  $r_e$  der klassische Elektronenradius ( $r_e = 2,8179$  fm),  $\rho$  die Dichte und  $Z_k$  die Anzahl der Elektronen der beteiligten Elemente.

Zusätzlich wird der komplexe Atomformfaktor  $f_k$  mit

$$f_k(\vec{q}, \lambda) = f_k^0(\vec{q}) + f_k'(\lambda) + f_k''(\lambda) \quad (2.27)$$

eingeführt [4]. Die Anteile  $f'$  und  $f''$  werden auch als Dispersionskorrektur bezeichnet.

Aus den Gln. (2.25) und (2.26) wird deutlich, dass für den Brechungsindex  $n$  weiterhin gilt:

$$n \propto \rho \quad (2.28)$$

mit der Dichte  $\rho$  des zugehörigen Festkörpers.

Für den Fall einer rauen Grenzfläche zerfällt das Potenzial in einen ungestörten Teil  $V_0$  der glatten Grenzfläche und einen Störterm  $\delta V$  der Rauheit. Es gilt:

$$V = V_0 + \delta V. \quad (2.29)$$

In Abbildung 2.6 ist der Potenzialverlauf für eine glatte (links) und eine raue Grenzfläche (rechts) skizziert. Aufgetragen ist die Dichte  $\rho$  über  $z$ . Die  $z$ -Achse steht senkrecht auf der Grenzfläche.

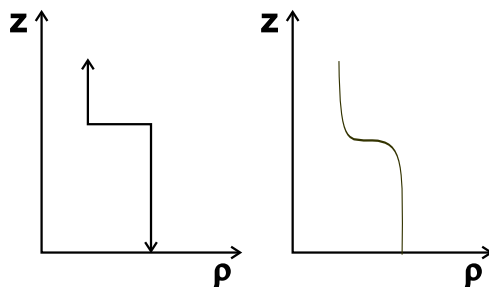


Abbildung 2.6: Potenzialverlauf einer glatten (links) und einer rauen Grenzfläche (rechts). Die  $z$ -Achse steht senkrecht auf der mittleren Grenzfläche. Im Text wird gezeigt, dass das Potenzial für die Wechselwirkung mit Röntgenstrahlen proportional zur Dichte  $\rho$  ist. Die Rauheit der Grenzfläche führt zu einem kontinuierlichen Verlauf des zugehörigen Potentials, dessen exakter Verlauf vom speziellen Typ der Rauheit abhängt. Ein typischer Verlauf entspricht der erf-Funktion, die bei einer gaußförmigen Verteilungsfunktion für die Grenzfläche auftritt.

Im Fall einer idealen, glatten Grenzfläche besitzt der Potentialverlauf einen endlichen Sprung, dessen Höhe durch die Dichten  $\rho$  der beiden Materialien gegeben ist. Die Rauheit bewirkt einen stetigen Übergang zwischen den beiden Dichten und damit auch eine stetige Änderung des Potentials. Ein typischer Verlauf des Potentials entspricht der erf-Funktion, die sich bei einem gaußförmigen Rauheitsprofil ergibt. Einflussparameter wie Materialkomposition und verwendeter Depositionsprozess bestimmen den tatsächlichen Potentialverlauf an der Grenzfläche.

Die Behandlung der Helmholtz-Gleichung im Rahmen einer Störungstheorie geschieht zunächst durch die Lösung des ungestörten Falls. Ausgehend von dieser ungestörten Lösung wird dann eine approximative Lösung für den zugehörigen gestörten Fall bestimmt (vgl. Kapitel 2.3.2).



### 2.3.1 Lösung des ungestörten Systems; Schichtdickenbestimmung

Die Lösung des ungestörten Problems geschieht mit Hilfe der Fresnelschen Gleichungen. Mit ihrer Hilfe werden die Amplituden für die reflektierten und transmittierten Wellen an der glatten Grenzfläche berechnet. Ihre Ableitung aus den Maxwellschen Gleichungen, unter Berücksichtigung der entsprechenden Stetigkeitsbedingungen an der Grenzfläche, ist z. B. in [17] beschrieben.

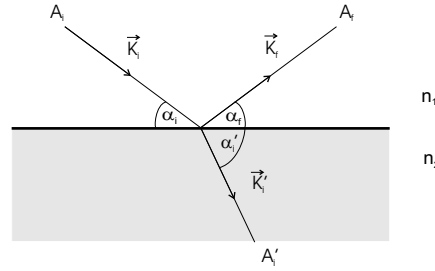


Abbildung 2.7: Benennung der einzelnen Komponenten für die Reflexion bzw. Transmission an einer einzelnen Grenzfläche.

Ein an einer Grenzfläche unter dem Winkel  $\alpha_i$  einfallender Strahl  $\vec{k}_i$  spaltet sich auf in einen transmittierten Teil  $\vec{k}'_t$  und einen reflektierten Teil  $\vec{k}_f$ <sup>6</sup>. Die sich dabei ergebenden Intensitäts- und Amplitudenverhältnisse  $A_i : A'_i$  für die Transmission bzw.  $A_i : A_f$  für die Reflexion werden für den Fall glatter Grenzflächen durch die Fresnelschen Gleichungen beschrieben [17]. Für die s-Polarisation ergibt sich aus den Stetigkeitsbedingungen für die Tangentialkomponente von  $\vec{E}$  bzw.  $\vec{H}$  für den Reflexionskoeffizienten  $r$ :

$$r = \frac{A_f}{A_i} = \frac{\sin(\alpha_i - \alpha'_i)}{\sin(\alpha_i + \alpha'_i)} \quad (2.30)$$

und für den Transmissionskoeffizienten  $t$ :

$$t = \frac{A'_i}{A_i} = \frac{2 \sin \alpha_i \cos \alpha_i}{\sin(\alpha_i + \alpha'_i)} \quad (2.31)$$

Die entsprechenden Gleichungen für die p-Polarisation sind praktisch identisch (die Abweichungen sind ca.  $10^{-6}$ ), da für Röntgenstrahlen der Brechungsindex  $n \approx 1$

---

<sup>6</sup>i: initial; f: final

<sup>7</sup> $\alpha_i$  : Einfallswinkel;  $\alpha'_i$  : Brechungswinkel

ist. Daher vereinfacht sich die allgemeine, vektorielle Helmholtz-Gleichung für die diffuse Röntgenstreuung zu einer skalaren Differentialgleichung.

Mit den folgenden Ausdrücken für die z-Komponente des Wellenvektors  $\vec{k}_i$  (einfallender Strahl) bzw.  $\vec{k}'_i$  (transmittierter Strahl)

$$\begin{aligned} k_{i,z} &= |\vec{k}_i| \sin \alpha_i \\ k'_{i,z} &= n |\vec{k}_i| \sin \alpha'_i = |\vec{k}_i| \sqrt{n^2 - \cos^2 \alpha_i} \end{aligned} \quad (2.32)$$

folgt für die Fresnelschen Gleichungen:

$$r = \frac{k_{i,z} - k'_{i,z}}{k_{i,z} + k'_{i,z}} \quad (2.33)$$

für die Reflexion und

$$t = \frac{2k_{i,z}}{k_{i,z} + k'_{i,z}} \quad (2.34)$$

für die Transmission.

Die Fresnelschen Gleichungen gelten zunächst für eine einzelne Grenzfläche. Durch einen von Parrat vorgestellten Rekursionsalgorithmus [69] lassen sich die Amplituden an den einzelnen Grenzflächen eines Vielschichtsystems mit  $N$  Grenzflächen sowie die von dem Gesamtsystem reflektierte Intensität  $I_0$  berechnen.

Die Benennung der einzelnen Komponenten ist in Abb. 2.8 gezeigt. Die Notation basiert auf dem von Holy [39] benutzten System.

Es ergibt sich folgende Rekursionsformel für die j-te Grenzfläche:

$$X_j = \frac{R_j}{T_j} = e^{-2ik_{z,j} \cdot z_j} \frac{r_{j,j+1} + X_{j+1} \exp(2ik_{z,j+1} \cdot z_j)}{1 + r_{j,j+1} X_{j+1} \exp(2ik_{z,j+1} \cdot z_j)} \quad (2.35)$$

Startpunkt der Rekursion ist die  $N + 1$ -te Grenzfläche, d. h. die Rückseite des Substrats. Es gilt:  $X_{N+1} = 0$ , da der zuvor transmittierte Strahl  $T_N$  vollständig im Substrat absorbiert wird und damit  $R_{N+1} = 0$  wird, d. h. von der Rückseite des Substrats wird keine Strahlung reflektiert. Diese Annahme ist für die verwendeten Substrate zulässig, da bei streifendem Einfall bereits ab 500 nm eine vollständige Absorption stattfindet.

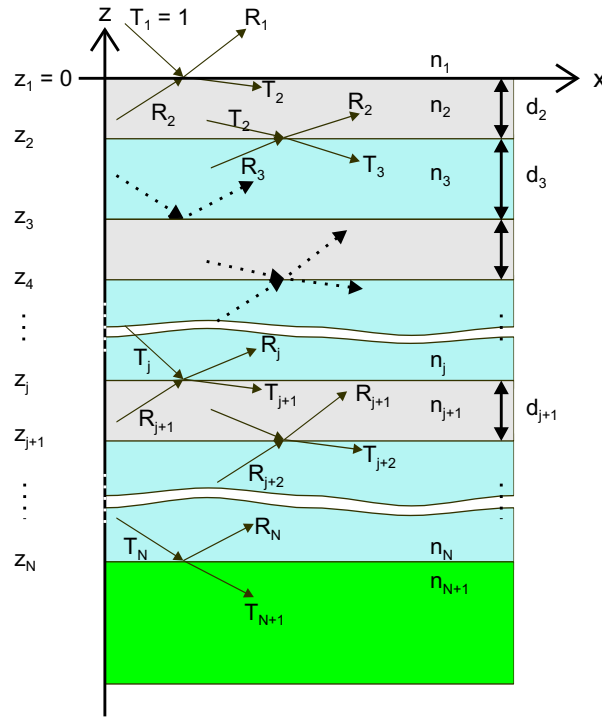


Abbildung 2.8: Systematik zur Bezeichnung der transmittierten und reflektierten Teilstrahlen in einem Vielschichtsystem mit  $N$  Schichten (nach [39]). Der Ursprung des Koordinatensystems liegt in der Oberfläche des Vielschichtsystems, zu der die  $z$ -Achse normal ist. Bei diesem Schema bezeichnet  $n_1$  den Brechungsindex der Luft (Vakuum),  $z_N$  ist die Koordinate der Grenzfläche zum Substrat und  $T_{N+1}$  ist der in das Substrat transmittierte Teilstrahl, der vollständig absorbiert wird. Damit ergibt sich  $R_{N+1} = 0$  als Startwert für den im Text beschriebenen Rekursionsalgorithmus.

Für den Parratschen Rekursionsalgorithmus wird zusätzlich der Fresnelkoeffizient an der Grenzfläche zwischen der  $j$ -ten und der  $j+1$ -ten Schicht benötigt. Dazu werden die Gln. (2.33) und (2.32) verallgemeinert zu:

$$r_{j,j+1} = \frac{k_{z,j} - k_{z,j+1}}{k_{z,j} + k_{z,j+1}} \quad (2.36)$$

und

$$k_{z,j} = k_{z,j}^i = k_{z,j}^f = |\vec{k}_1| \sqrt{n^2 - \cos^2 \alpha_i}. \quad (2.37)$$

Mit Gl. (2.35) wird der Intensitätsverlauf der spekulären Reflexion an einem Vielschichtsystem berechnet.

Es gilt:

$$I_{\text{spek}} = |X_1|^2 = |R_1|^2. \quad (2.38)$$

Für die gemessene, spekulär reflektierte Intensität  $\tilde{I}_{\text{spek}}$  gilt:

$$\tilde{I}_{\text{spek}} = I_{\text{spek}} + I_{\text{Rau}}, \quad (2.39)$$

d. h. zusätzlich werden Anteile der durch die raue Grenzfläche gestreuten Intensität  $I_{\text{Rau}}$  gemessen. Für eine Berechnung des gemessenen Intensitätsverlaufs existieren zwei einfache Modelle, die auf den Arbeiten von Beckmann und Spizzichino [13] bzw. Névot und Croce [66] basieren.

Der spekulär reflektierte Anteil  $I_{\text{spek}}$  wird mit einem exponentiellen Dämpfungsfaktor multipliziert, der vergleichbar dem in der Kristallografie benutzten Debye-Waller-Faktor ist. Für den modifizierten Fresnelkoeffizienten  $\tilde{r}$  ergibt sich:

$$\tilde{r}_{j,j+1}|_{\text{BS}} = r \cdot \exp(-2k_{z,j}^2 \sigma_j^2). \quad (2.40)$$

Dieses Modell nach Beckmann und Spizzichino ist gültig für Rauheiten mit hauptsächlich tiefen räumlichen Frequenzen im Spektrum der Rauheit (in Bezug auf die verwendete Wellenlänge). Es deckt sich mit den Ergebnissen der analytischen Lösung der eindimensionalen Helmholtz-Gleichung für einen tangenshyperbolikusförmigen Verlauf des Potentials  $V(z)$  (siehe [52]).

Das Modell nach Névot und Croce führt ebenfalls einen Debye-Waller-Faktor ein. Es ergibt sich:

$$\tilde{r}_{j,j+1}|_{\text{NC}} = r \cdot \exp(-2k_{z,j} k_{z,j+1} \sigma_j^2). \quad (2.41)$$

Dieses Modell ist besonders für Grenzflächenrauheiten mit überwiegend hohen räumlichen Frequenzen geeignet. Dieser Faktor entspricht einer gaußförmigen Höhenverteilung der Rauheit an der Grenzfläche. Aus dieser resultiert ein erf-förmiger Verlauf<sup>8</sup> des zugehörigen Potentials  $V(z)$ .

Zur Berechnung des Intensitätsverlaufs für ein System rauer Grenzflächen werden die Reflexionkoeffizienten in Gl. (2.35) durch die entsprechenden modifizierten Koeffizienten ersetzt. Mit Hilfe dieses Simulationsmodells werden hauptsächlich die

---

<sup>8</sup>Gemeint ist die gaußsche Fehlerfunktion (erf-Funktion), deren Ableitung zur gaußschen Glockenkurve führt. Eine genaue Definition ist z. B. in [2] gegeben.

Schichtdicken von Dünnschichtsystemen bestimmt. Die Röntgenreflektometrie ist für die absolute Bestimmung der Schichtdicken im Bereich von einigen Nanometern gut geeignet, da für die Bestimmung der Schichtdicken in erster Linie die Interferenz der Teilstrahlen genutzt wird, die an den einzelnen Grenzflächen reflektiert werden. Die Wellenlänge der verwendeten  $K_\alpha$ -Strahlung des Kupfers ist wesentlich kleiner als die zu untersuchende Struktur, so dass mehrere komplette Wellenzüge die Schicht ausfüllen. Die Wellenlänge der charakteristischen Röntgenstrahlung, die als Maßstab genutzt wird, ist eine atomphysikalische Konstante, die mit einer relativen Unsicherheit von weniger als  $10^{-4}$  verfügbar ist [91]. Die Winkelmessung ist die zweite Messgröße, die in das Unsicherheitsbudget der Schichtdickenbestimmung eingeht. Für eine einzelne Schicht ergibt sich folgende analytische Beziehung für die Schichtdicke  $d$ :

$$2d\sqrt{\sin^2 \alpha_{i,m} - \sin^2 \alpha_c} = m \lambda \quad (2.42)$$

bzw. für kleine Winkel

$$\alpha_{i,m}^2 - \alpha_c^2 = m^2 \left( \frac{\lambda}{2d} \right)^2. \quad (2.43)$$

Dabei ist  $\alpha_{i,m}^2$  der Winkel der Interferenz  $m$ -ter Ordnung und  $\alpha_c$  der kritische Winkel. Aus Gl. (2.42) ist ersichtlich, dass neben der Wellenlänge die Genauigkeit der relativen Winkelmessung die Genauigkeit bei der Bestimmung der Schichtdicke  $d$  beeinflusst.

Der Einfluss der Rauheit auf den Verlauf der Reflexionskurve wird in Kap. 4 anhand einiger exemplarischer Messungen diskutiert. Für die Analyse der lateralen Struktur der Grenzflächenrauheit ist dieses eindimensionale Modell nur bedingt geeignet. Bei der spekulären Reflexion wird ausschließlich senkrecht zur Grenzfläche ein Impuls  $q_z$  übertragen. Im Rahmen der spekulären Reflexion kann lediglich die Größe der rms-Rauheit  $\sigma$  ermittelt werden.

Die Einbeziehung von lateralen Impulskomponenten  $q_x$  durch die Analyse der diffusen Streuteile liefert weitergehende Informationen über die Struktur der Rauheit im Rahmen der in Kap. 2.2 dargestellten Betrachtungen. Die notwendige Streutheorie zur Erfassung der diffusen Anteile wird im folgenden Abschnitt erläutert.

### 2.3.2 Lösung für ein System rauer Grenzflächen (DWBA)

Die in Abschnitt 2.2 formulierten statistischen Größen für Festkörpergrenzflächen werden durch die Analyse der diffus gestreuten Anteile zugänglich. Die Verhältnisse an den Grenzflächen werden durch die Helmholtz-Gleichung beschrieben. Ausgangspunkt der streutheoretischen Beschreibung ist die Bornsche Näherung. Randbedingung ist, dass die Wechselwirkung mit dem Potenzial schwach ist, d. h. dass die gesamte Streuung durch einen einzelnen Streuprozess beschrieben werden kann. Für die diffuse Röntgenstreuung ist diese Bedingung im Bereich der Totalreflexion nicht erfüllt. Dynamische Effekte wie Mehrfachstreuung, Absorption, Extinktion und Brechung bestimmen in diesem Bereich die Streuung und erfordern eine Modifikation der Bornschen Näherung. Für die Helmholtz-Gleichung ergeben sich zwei Lösungen, eine transmittierte und eine reflektierte ebene Welle. Aufgrund der vorliegenden mikroskopischen Reversibilität[62] ist auch die zeitumgekehrte, d. h. die einlaufende reflektierte Welle, eine Lösung der Gleichung (vgl. Abb. 2.9).

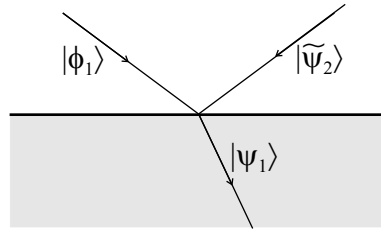


Abbildung 2.9: Grafische Darstellung der Lösungen der Helmholtz-Gleichung an einer Grenzfläche. Die einfallende ebene Welle  $|\phi_1\rangle$  führt zu der transmittierten Welle  $|\psi_1\rangle$  und der reflektierten Welle  $|\tilde{\psi}_2\rangle$ , die aufgrund der vorliegenden mikroskopischen Reversibilität eine einlaufende ebene Welle ist [62].

Die DWBA wird in der Arbeit von Vineyard [96] erstmals für die Röntgenstreuung unter streifendem Einfall eingesetzt. In der Arbeit von Sinha et al. [82] wird die DWBA zur Beschreibung der Streuung an rauen Grenzflächen angewendet. Die DWBA ist eine kinematische Streutheorie, die zusätzlich die dynamischen Effekte der diffusen Streuung berücksichtigt.

Im Rahmen der formalen Störungsrechnung wird der differentielle Wirkungsquerschnitt mit Hilfe der goldenen Regel berechnet:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{1}{16\pi^2} \langle |T_{if}|^2 \rangle. \quad (2.44)$$

Das Übergangsmatrixelement  $T_{if}$  beschreibt dabei die Wahrscheinlichkeit für den Übergang vom Startzustand  $|i\rangle$  in den Endzustand  $|f\rangle$ .

Für  $T_{if}$  gilt:

$$T_{if} := \langle f|T|i \rangle \quad (2.45)$$

und zerfällt im Fall der DWBA in

$$\langle f|T|i \rangle = \langle \tilde{\psi}_2|V_1|\phi \rangle + \langle \tilde{\psi}_2|\delta V_2|\psi_1 \rangle. \quad (2.46)$$

Die einfallende Welle liefert den Ket  $|\phi \rangle$ , der hier eine ebene Welle ist. Der Ket  $|\psi_1 \rangle$  ist die Lösung des zugehörigen ungestörten Problems, die sich aus der Fresnelschen Theorie ergibt mit:

$$\psi = \begin{cases} C[e^{i\vec{k}_i \cdot \vec{r}} + R(\vec{k}_i)e^{i\vec{k}_j \cdot \vec{r}}] & z > 0 \\ CT(k_1)e^{i\vec{k}_i' \cdot \vec{r}} & z < 0 \end{cases}. \quad (2.47)$$

Dabei sind:  $\vec{k}_i$  : einfallender Strahl,  $\vec{k}_f$  : reflektierter Strahl und  $\vec{k}_i'$  : transmittierter Strahl. Die Amplituden des reflektierten (R) und transmittierten Strahls (T) werden mit Gl. (2.35) berechnet. Aufgrund der Mikroreversibilität ergibt sich als zweite Lösung  $|\tilde{\psi}_2 \rangle$  der zeitinvertierte Zustand.

Die DWBA unterscheidet sich von der einfachen BA im Wesentlichen durch die Behandlung des Störterms  $\delta V$ . Bei der BA wird für die Berechnung des Anteils am Matrixelement  $T_{if}$  durch den Störterm ebenfalls die einfallende ebene Welle  $|\phi_1 \rangle$  benutzt. Diese wird bei der DWBA durch die Lösung  $|\psi_1 \rangle$  des ungestörten Problems ersetzt.

Die statistische Natur des Störterms  $\delta V$  macht für die Berechnung des Matrixelements  $T_{if}$  die Ermittlung des Ensemblemittels notwendig (in Gl. (2.44) durch die spitzen Klammern angedeutet). Für die komplette DWBA werden zur Berücksichtigung der dynamischen Effekte, insbesondere der Mehrfachstreuung, vier Streufälle unterschieden, die in Abb. 2.10 schematisch dargestellt sind.

Bei der Messung sind ausschließlich die nach oben reflektierten und gestreuten Anteile zu beachten. Zusätzlich wird die Beachtung auf einen dynamischen Prozess (Transmission oder Reflexion) vor und nach dem Streuprozess eingeschränkt. Mehrfachstreuungen sind Prozesse höherer Ordnung und werden im Weiteren nicht berücksichtigt. Die DWBA ist hier vergleichbar der dynamischen Theorie nach P. Ewald, bei der ebenfalls Ein- und Mehrstrahlfälle unterschieden werden.

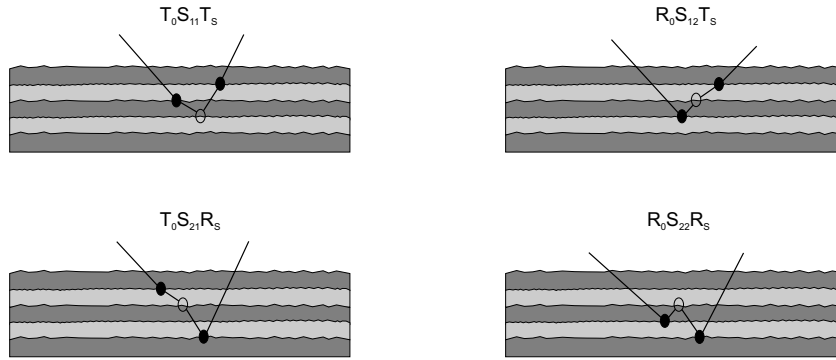


Abbildung 2.10: Im Rahmen der DWBA werden vier Fälle für die Mehrfachstreuungsprozesse berücksichtigt, die sich aus Kombinationen der dynamischen Prozesse Transmission und Reflexion (offene Kreise) und den Streuprozessen an den rauen Grenzflächen (gefüllte Kreise) ergeben. Der Fall oben links entspricht der kinematischen Streuung, die anderen Prozesse sind rein dynamischer Natur. (Nach [39].)

Für eine detaillierte Ableitung des vollständigen Ausdrucks für den diffusen Streuquerschnitt wird auf die angegebene Literatur verwiesen, insbesondere die Originalarbeit von Sinha et al. [82] und die Monografien von Holy et al. [39] und Tolan [92]. Ein abweichender Formalismus für die DWBA wird in Daillant et al. [24] vorgestellt. Dieser nutzt Matrizen zur Berechnung der Amplituden an den Grenzflächen, ist in seinen Resultaten aber vollständig äquivalent zu dem skizzierten Verfahren. Die von deBoer [25] vorgestellten Rechnungen auf Basis einer BA zweiter Ordnung werden hier nicht weiter berücksichtigt, da sie im Wesentlichen nur von theoretischem Interesse sind. Die zusätzlichen Prozesse sind in der Regel experimentell nicht verifizierbar und der damit verbundene erhöhte Rechenaufwand nicht zu rechtfertigen.

Für den diffusen Streuquerschnitt ergibt sich:

$$\begin{aligned}
 I_{\text{diff}}(\vec{q}) &= \frac{gk^2}{8\pi^2} \sum_{j,k}^N (n_j^2 - n_{j+1}^2)(n_k^2 - n_{k+1}^2)^* \\
 &\times \sum_{m,n=0}^3 \tilde{G}_j^m \tilde{G}_k^{n*} \exp \left\{ -\frac{1}{2} \left[ (q_{z,j}^m \sigma_j)^2 + (q_{z,k}^{n*} \sigma_k)^2 \right] \right\} S_{jk}^{mn}
 \end{aligned} \tag{2.48}$$

mit dem Strukturfaktor  $S_{jk}^{mn}$

$$S_{jk}^{mn} = \frac{1}{q_{z,j}^m q_{z,k}^{n*}} \int_0^\infty \left( \exp \left\{ q_{z,j}^m q_{z,k}^{n*} \mathbf{C}_{jk}(\vec{R}) \right\} - 1 \right) \exp(-i\vec{q}_{\parallel} \cdot \vec{R}) d\vec{R}. \tag{2.49}$$

Die vier Streufälle werden in der Gl. (2.48) in den  $\tilde{G}$  Faktoren berücksichtigt. Die



zugehörigen Kombinationen der Amplituden und Streuvektoren sind in Tabelle 2.1 aufgelistet. Die gesuchten  $\tilde{G}_j^m$  ergeben sich mit  $\tilde{G}_j^m := G_j^m \exp(-iq_{z,j}^m z_j)$  aus den tabellierten Ausdrücken.

$G_j^0 = T_{i;j+1}T_{f;j+1}$	$q_j^0 = k_{i;j+1} + k_{f;j+1}$	$G_j^0 = T_{i;j}T_{f;j}$	$q_j^0 = k_{i;j} + k_{f;j}$
$G_j^1 = T_{i;j+1}R_{f;j+1}$	$q_j^1 = k_{i;j+1} - k_{f;j+1}$	$G_j^1 = T_{i;j}R_{f;j}$	$q_j^1 = k_{i;j} - k_{f;j}$
$G_j^2 = R_{i;j+1}T_{f;j+1}$	$q_j^2 = -q_j^1$	$G_j^2 = R_{i;j}T_{f;j}$	$q_j^2 = -q_j^1$
$G_j^3 = R_{i;j+1}R_{f;j+1}$	$q_j^3 = -q_j^0$	$G_j^3 = R_{i;j}R_{f;j}$	$q_j^3 = -q_j^0$

Tabelle 2.1: Zwei mögliche Sätze für die Amplituden und Streuvektoren für die vier Streufälle, die in den Formalismus der DWBA Eingang finden. Diese ergeben sich als analytische Fortsetzungen der komplexen Funktionen an den Grenzflächen.

Anhand der Gl. (2.48) wird die formale Ähnlichkeit zur Kristallbeugung deutlich. Bei dieser wird das Interferenzmaximum durch die periodische Anordnung der Streuzentren (d. h. den Atomen oder Molekülen) durch einen Strukturfaktor (für die Ladungsverteilung der Elektronenwolke des Atoms bzw. Moleküls) modifiziert.

Im beschriebenen Fall der diffusen Röntgenstreuung wird das dreidimensionale Kristallgitter durch das eindimensionale Supergitter des Vielschichtsystems ersetzt. Der Strukturfaktor setzt sich hier zusammen aus den Dichteveriationen an der Grenzfläche, gemittelt über das statistische Ensemble.

Die Streuformel kann für zwei Grenzfälle approximiert werden: Für kleine Impulsüberträge  $\vec{q}$  wird die Exponentialfunktion im Strukturfaktor in ihre Taylorreihe entwickelt werden. Für  $|q_z \cdot \sigma| < 1$  ergibt sich der Strukturfaktor  $S_{jk}^{mn}$ :

$$S_{jk}^{mn} = \int_0^\infty \mathbf{C}_{\mathbf{jk}}(\vec{R}) \exp(-i\vec{q}_{\parallel} \cdot \vec{R}) d\vec{R}. \quad (2.50)$$

Im Gültigkeitsbereich dieser Näherung ist das Streubild die Fouriertransformation der Korrelationsmatrix, d. h. sie entspricht dem PSD der Grenzflächenrauheit. Diese approximierte DWBA ist gültig für kleine Streuvektoren  $\vec{q}$  und geringe Rauheiten  $\sigma$ . Der Strukturfaktor enthält in dieser Version keine weitere Abhängigkeit von den Laufindizes  $m$  und  $n$ , d. h. er kann vor die innere Summe gezogen werden. Daraus resultiert eine Reduzierung der Rechenzeit um mehrere Größenordnungen.



# Kapitel 3

## Experimenteller Aufbau

Die Messung der diffusen Streubilder setzt eine hohe Auflösung in der reziproken Ebene voraus. In der PTB wird ein Messplatz aus verschiedenen, kommerziell verfügbaren Komponenten aufgebaut, der diese Anforderungen im Labormaßstab erfüllt. Die notwendige räumliche und zeitliche Kohärenz der Strahlung wird durch zusätzliche röntgenoptische Komponenten im Aufbau erreicht. Der Aufbau mit seinen einzelnen Komponenten wird in diesem Kapitel im Detail vorgestellt. Ein Abriss der theoretischen Grundlagen der Auflösung im reziproken Raum wird im zweiten Teil des Kapitels gegeben.

### 3.1 Aufbau des Labormessplatzes

Der in der PTB vorhandene Messplatz ist in Abb. 3.1 skizziert. Er besteht aus den drei Hauptkomponenten: Strahlquelle (Drehanode mit 18 kW elektrischer Leistung), Goniometer (2-Achsen-Goniometer mit modifiziertem Probenhalter) und Detektionssystem (Punkt- oder Liniendetektor). Der gesamte Messaufbau ist in einem begehbaren Strahlenschutzraum mit Sicherheitskreis untergebracht. Die Goniometersteuerung und der Generator der Drehanode sind in einem separaten Raum installiert.

Die zur Erzeugung des Vorvakuums (im Drehanodenturm) notwendige Drehschieberpumpe ist ebenfalls außerhalb des Messraums untergebracht, wodurch eine Verunreinigung des Messplatzes durch die Pumpenabgase vermieden wird. Die räumlichen Gegebenheiten sind in Abb. 3.2 dargestellt.

Im Folgenden wird der Messplatz im Hinblick auf die Messung der diffus gestreuten Strahlung beschrieben. Die Messung von Reflektogrammen für die Dickenbestim-

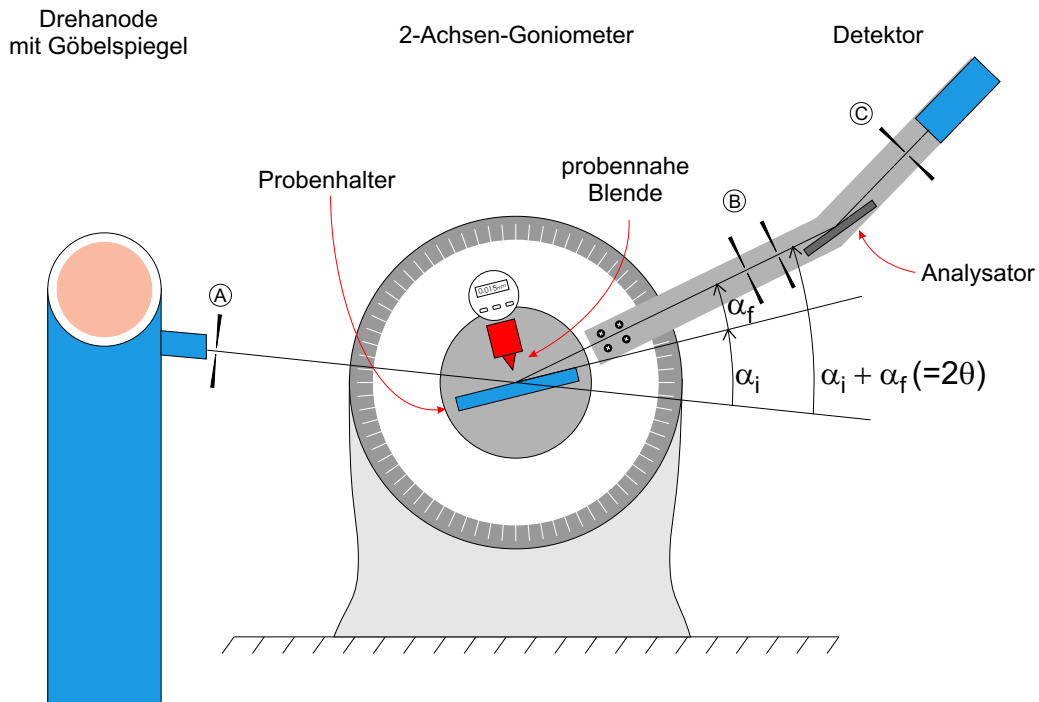


Abbildung 3.1: Aufbau des Messplatzes zur diffusen Röntgenstreuung in koplanarer Geometrie. Die Achsen des Goniometers sind senkrecht zur Bildebene. Anhand des eingezeichneten Strahlengangs werden der Einfallswinkel  $\alpha_i$ , der Ausfallwinkel  $\alpha_f$  und der resultierende Detektorwinkel  $2\theta$  definiert. Die beiden Drehachsen des Goniometers liegen koaxial zueinander; Probenhalter und Detektor sind unabhängig voneinander drehbar. Der Röntgenstrahl wird durch Apertur- (A), Streustrahl- (B) und Detektorblende (C) definiert.

mung ist an einem für die diffuse Röntgenstreuung ausgelegten Messplatz jederzeit möglich, da hier die Anforderungen an die räumliche und zeitliche Kohärenz der Strahlung deutlich geringer sind.

### Strahlquelle

Der große dynamische Bereich der Messungen (sechs bis neun Größenordnungen) macht die Nutzung einer intensiven Strahlquelle erforderlich. In diesem Aufbau wird eine Drehanode der Firma MacScience, Typ M18XHF-SRA, eingesetzt[58]. Die maximale elektrische Eingangsleistung von  $P_{el} = 18 \text{ kW}$  wird mit einem Kupfertarget und einem Filament mit den Abmessungen  $0,1 \times 10 \text{ mm}^2$  (Strichfokus) erreicht. Für den Dauerbetrieb wird eine Eingangsleistung von  $P_{el} \approx 14 \text{ kW}$  gewählt.

In den Streubildern ist jeweils die Reflektivität  $R$ , d. h. das Verhältnis aus einfallender und reflektierter Intensität dargestellt. Die gewählte Leistung hat daher

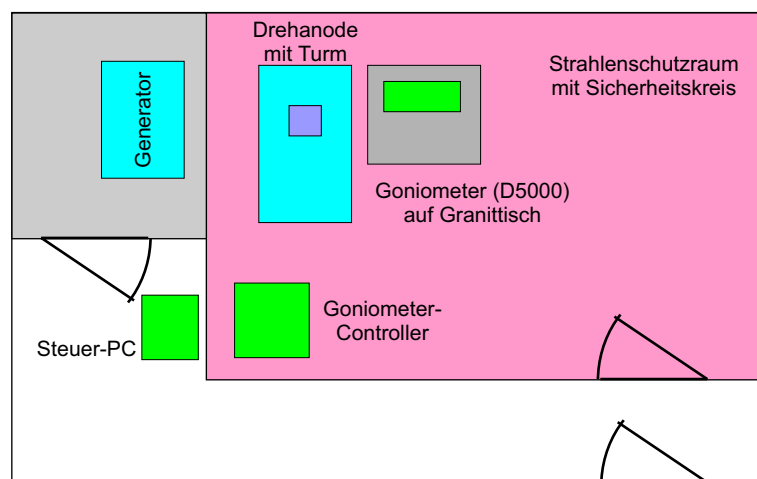


Abbildung 3.2: In den Laborraum wird ein begehbare Strahlenschutzraum mit Sicherheitskreis eingebaut. In diesem ist die Drehanode und das Goniometer auf einem schwingungsarmen Granittisch aufgebaut (roter Bereich). Der Hochspannungsgenerator und die Drehschieberpumpe für die Drehanode sind in einem gesonderten Raum untergebracht (grauer Bereich). Die erhebliche Abwärme und die Pumpenabgase werden direkt nach außen abgeführt, so dass eine Beeinflussung des eigentlichen Messraums vermieden wird. Die Steuerung des Goniometers erfolgt durch einen im Vorraum aufgestellten PC. Die Darstellung ist nicht maßstabstreu.

keinen Einfluss auf das Messergebnis, sie beeinflusst ausschließlich den zur Verfügung stehenden Messbereich in der reziproken Ebene.

Die Messungen zur diffusen Röntgenstreuung werden in Parallelstrahlgeometrie durchgeführt, d. h. es wird ein paralleler Röntgenstrahl benutzt. Bei dieser Geometrie ist es nicht notwendig, dass die Aperturblende und der Detektor den gleichen Abstand zur Drehachse haben.<sup>1</sup> Der zunächst divergente Strichfokus von der Drehanode wird mit Hilfe eines Göbelspiegels in ein paralleles Strahlenbündel umgewandelt[19]. Der Strichfokus wird aus Intensitätsgründen verwendet, da nur in dieser Konfiguration die maximale elektrische Leistung zur Verfügung steht. Der Brennfleck hat in dieser Konfiguration eine Abmessung von  $0,5 \times 10 \text{ mm}^2$ .

<sup>1</sup>Bei der Bragg-Brentano-Anordnung befinden sich Aperturblende und Streustrahlblende auf dem gleichen Messkreis, um einen parafoкусierenden Effekt zu erreichen. Dies ist notwendig, da in dieser Anordnung mit einer divergenten Strahlquelle gearbeitet wird.

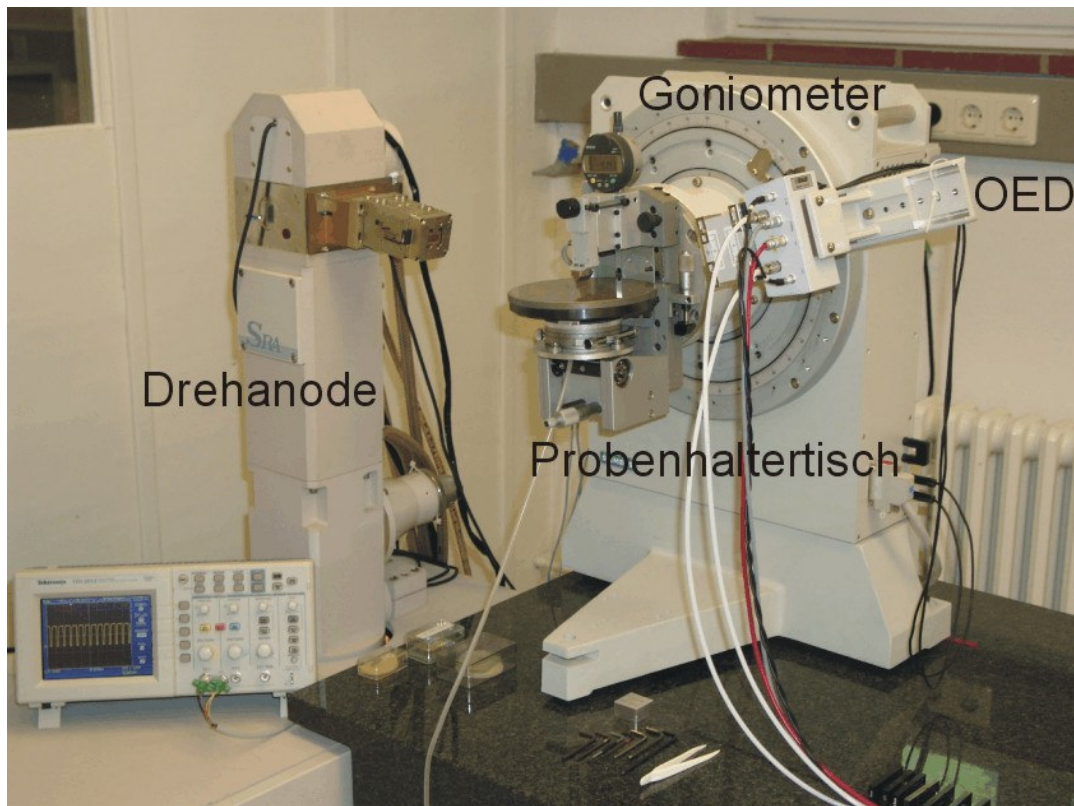


Abbildung 3.3: Bild des Messaufbaus mit ortsempfindlichem Detektor (rechts). Der Turm der Drehanode mit dem im oberen Viertel angeflanschten Göbelspiegelgehäuse ist links zu erkennen. Das Goniometer (Mitte) mit dem Probenhaltertisch steht auf einer schwingungsarmen Granitplatte, die keine mechanische Verbindung zur Drehanode besitzt. Das Oszilloskop dient der Überwachung der Betriebszustände der Drehanode.

### Göbelspiegel

Der Göbelspiegel ist ein röntgenoptisches Element zur Strahlaufbereitung, sein prinzipieller Aufbau ist in Abb. 3.4 skizziert. Gleichzeitig wird bei der Reflexion die Abtrennung der  $K_{\alpha}$ -Strahlung des Kupfers von den anderen Linien und dem Bremsstrahlungsuntergrund erreicht. Bei Messungen mit dem NaI-Detektor (Punktdetektor) wird detektorseitig zusätzlich ein  $\text{LiF}_2$ -Analysatorkristall eingesetzt, der die  $K_{\alpha 1}$ - ( $\lambda_1 = 0,154060 \text{ nm}$ ) und die  $K_{\alpha 2}$ -Linie ( $\lambda_2 = 0,154443 \text{ nm}$ ) voneinander trennt[91].

Die vom Brennfleck ausgehende, divergente Strahlung trifft unter streifendem Einfall auf ein Multilayersystem, an dessen Grenzflächen sie reflektiert wird. Der Multilayer ist einerseits parabolisch vorgeformt, und der Brennfleck liegt im Brennpunkt dieser Parabel. Weiterhin variieren die Dicken der Schichten des Göbelspiegels in Richtung

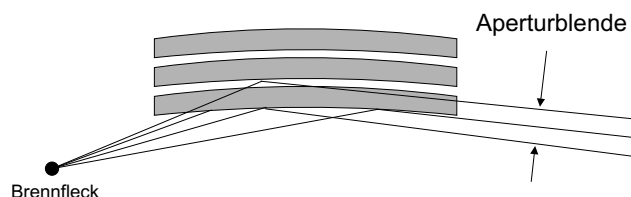


Abbildung 3.4: Skizze eines Göbelspiegels. Die divergente Strahlung der Drehanode wird unter streifendem Einfall an einem parabolisch geformten Multilayer reflektiert. Da der Brennfleck im Fokus der Parabel liegt, ist der reflektierte Strahl parallel. Gleichzeitig dient er als Wellenlängenfilter, da nur die  $K_{\alpha}$ -Strahlung des Kupfers reflektiert wird.

der Parabel, um den unterschiedlichen Einfallswinkeln der Strahlung Rechnung zu tragen. Der Göbelspiegel kann ausschließlich für eine Wellenlänge der Röntgenstrahlung eingesetzt werden, da für eine andere Wellenlänge ein anderer Schichtdickenabstand gewählt werden muss.

Der Göbelspiegel präpariert aus der vom Brennfleck ausgehenden polychromatischen, divergenten Strahlung einen (nahezu) parallelen und (annähernd) monochromatischen Strahl. Die Divergenz des reflektierten Strahls ist kleiner als  $0,01^{\circ}$ . Der Spiegel reflektiert ausschließlich die  $K_{\alpha}$ -Strahlung. Die anderen Linien und die Bremsstrahlung werden vom Göbelspiegel unterdrückt. Eine Trennung der  $\alpha_1$ - und  $\alpha_2$ -Anteile ist mit einem Göbelspiegel nicht möglich. Durch den Göbelspiegel wird zusätzlich die nutzbare Intensität der Röntgenstrahlung erhöht (nahezu eine Größenordnung), da die Strahlung aus einem größeren Raumwinkelbereich reflektiert wird.

In dem Aufbau wird ein Göbelspiegel der zweiten Generation der Firma Bruker AXS eingesetzt. Er hat die Abmessungen  $60 \times 10 \text{ mm}^2$ . Eine Aperturblende, direkt hinter dem Göbelspiegel, dient der Definition des Strahlquerschnitts. Die Strahlhöhe wird in der Regel auf  $0,6 \text{ mm}$  begrenzt. Nach der Montage des Göbelspiegels ist seine Justierung notwendig. Der Spiegel ist auf drei Punkten gelagert, womit die Höhe des Spiegels relativ und seine Neigung senkrecht zum Strahl justiert werden. Weiterhin wird mit dieser Lagerung der Einfallswinkel des Strahls zum Spiegel korrigiert. Im bestehenden Aufbau ist der Abstand zwischen Spiegel und Brennfleck konstant.

Nach einem Wechsel des Targets (der rotierende Kupferzylinder der Drehanode) ändert sich die Lage des Brennflecks geringfügig, so dass eine neue Justierung des Göbelspiegels notwendig ist. Diese ist allerdings deutlich schneller durchzuführen, als die primäre Justierung nach seiner Montage. Die Lage des Brennflecks ist weiterhin abhängig von der eingestellten Leistung am Generator, d. h. der Kombination aus Heizstrom und Beschleunigungsspannung. Die Justierung des Göbelspiegels muss

daher bei der für die Messungen genutzten Leistung erfolgen.

Der aus dem Turm der Drehanode herausgeführte Strahl ist horizontal orientiert. Das Goniometer wird nachfolgend so justiert, dass der Strahl parallel zu seinen Drehachsen verläuft, d. h. in y-Richtung bzw. senkrecht zur Streuebene. Für die Messungen wird die charakteristische Strahlung des Kupfers ( $K_{\alpha 1}$ - und  $K_{\alpha 2}$ -Linie) benutzt.

### Goniometer

Der monochromatische, parallele Röntgenstrahl wird durch die Drehachse des Diffraktometers der Firma Siemens (jetzt Bruker AXS) Typ D5000 geführt[79]. Es besitzt zwei unabhängig voneinander drehbare Achsen (Probenachse  $\theta$  und Detektorachse  $2\theta$ ), mit denen Ein- und Ausfallwinkel der Strahlung in Bezug auf die Probenoberfläche eingestellt werden (vgl. Abb. 3.1). Das Goniometer ist schwingungsgedämpft auf einem gesonderten Tisch aufgestellt. Es besitzt eine relative Positioniergenauigkeit von  $0,0001^\circ$ , die Winkel der  $\theta$ - und  $2\theta$ -Achse werden absolut mit einer Genauigkeit von  $0,001^\circ$  angefahren. Das Goniometer wird durch einen außerhalb des Strahlenschutzraums aufgestellten Computer gesteuert, mit dem automatisch verschiedene Scan Modi durchgeführt werden (vgl. Kap. 2.1). Für die Messung einer Space Map werden Reihenmessungen von Rock Scans bzw. Detektor Scans durchgeführt.

Der Aufbau beinhaltet ein Blendensystem, bestehend aus der Aperturblende (am Göbelspiegelgehäuse), der Streustrahlblende (am Detektorarm des Goniometers) und der Detektorblende (zwischen Analysator und dem Detektor). Mit der Streustrahlblende wird ein kleiner Winkelbereich aus der gestreuten Strahlung ausgewählt. Nachfolgend fällt diese Strahlung auf den Analysatorkristall. Hier wird durch Braggreflexion an einem  $\text{LiF}_2$ -Einkristall reflektiert und die verschiedenen Wellenlängen in den Winkelraum abgebildet. Durch die Detektorblende unmittelbar vor dem Detektor gelangt ausschließlich die  $K_{\alpha 1}$ -Strahlung in den NaI-Detektor. Bei Messungen mit dem OED kommt der Analysatorkristall nicht zum Einsatz. Hier wird durch eine Energieanalyse der detektierten Wellenlänge in dem Proportionalzähler eventuell erzeugte Fluoreszenzstrahlung von der Probe unterdrückt. Die Energieauflösung des OED ist nicht ausreichend, um die  $K_{\alpha 1}$ - und die  $K_{\alpha 2}$ -Linien zu trennen.

Für die Messungen unter streifendem Einfall ist die probennahe Blende von entscheidender Bedeutung, da hiermit die beleuchtete Fläche auf der Probe (Footprint) genau definiert werden kann. Zusätzlich wird durch die probennahe Blende (Keil) die Drehachse des Goniometers im Raum definiert.



### Probennahe Blende

Am Diffraktometer ist für den Einsatz bei kleinen Winkeln eine probennahe Blende installiert, deren Abstand zur Drehachse mit einer digitalen Messuhr angezeigt wird. Mit einer Mikrometerschraube wird der Abstand mit einer minimalen Schrittweite von einem Mikrometer variiert. Mit diesem Keil wird während der Justierung der Probe die Position der Drehachse definiert und die Probenoberfläche durch Heranfahren der Probe an den Keil mit einer Genauigkeit von  $2\text{ }\mu\text{m}$  in der Strahlmitte positioniert. Die Probenposition wird durch optische Kontrolle des zwischen Probe und Keil hindurchtretenden Lichts erreicht, wodurch eine deutlich höhere Positioniergenauigkeit erreicht wird (ca.  $2\text{ }\mu\text{m}$ ), als durch das begrenzte Auflösungsvermögen des Auges prinzipiell erreichbar ist (vgl. [32]).

Während der Messung wird der Keil in einen Abstand von  $h \approx 10\text{ }\mu\text{m}$  oberhalb der Probe gebracht. Die daraus resultierende probennahe Blende führt zu einem in y-Richtung, d. h. entlang der Streuebene, besser definierten beleuchteten Bereich (Footprint). Dies ist durch eine Anpassung der Strahlhöhe durch Blenden im Strahlengang nicht zu erreichen. Für einen Einfallswinkel von  $\alpha_i = 1^\circ$  ergibt sich mit einer Keilhöhe von  $h = 10\text{ }\mu\text{m}$  eine Ausdehnung in x-Richtung von  $A_x \approx 1,1\text{ mm}$ , ohne Keil ergibt sich bei einer Strahlhöhe von  $h_s = 0,6\text{ mm}$  entsprechend  $A_x \approx 34,4\text{ mm}$ .

### Probenhalter

Auf der  $\theta$ -Achse des Goniometers ist ein Probenhaltertisch mit Vakuumanasugung montiert[80]. Der Probenhalter kann manuell radial zur Drehachse bewegt werden, um die Oberfläche der Probe in der Drehachse des Goniometers zu justieren. Der gesamte Probenhalter kann zusätzlich senkrecht zur Achse um ca.  $\pm 5^\circ$  verkippt werden (in y-Richtung), um eine Keilform der Probe zu kompensieren.

Der Aufbau des Probenhaltertisches wird mit einem Rotationstisch der Fa. Newport so erweitert, dass die Probe zwischen den Messungen zusätzlich um die  $\varphi$ -Achse gedreht werden kann. Die  $\varphi$ -Achse ist identisch mit der z-Achse des Probenkoordinatensystems (vgl. Kap. 2.1). Die Rotation der Probe um die  $\varphi$ -Achse ändert die Lage der Streuebene in Bezug auf die Probe und erlaubt mit unterschiedlichen Schnitten durch die Probe, deren Rauheit und Grenzflächenmorphologie winkelabhängig zu untersuchen. Der Rotationstisch erlaubt eine  $360^\circ$ -Drehung des Probenhalters mit einer Positioniergenauigkeit von  $\Delta\varphi = 0,1^\circ$ . Während der Rotation bleibt die Probe fixiert auf dem Probenhalter. Der Tisch ist in Abb. 3.5 gezeigt.

Die Oberfläche des Probenhaltertisches ist eine plane Kreisscheibe mit einem Durchmesser von  $D = 152\text{ mm}$ . Die Proben werden durch eine Vakuumanasugung auf

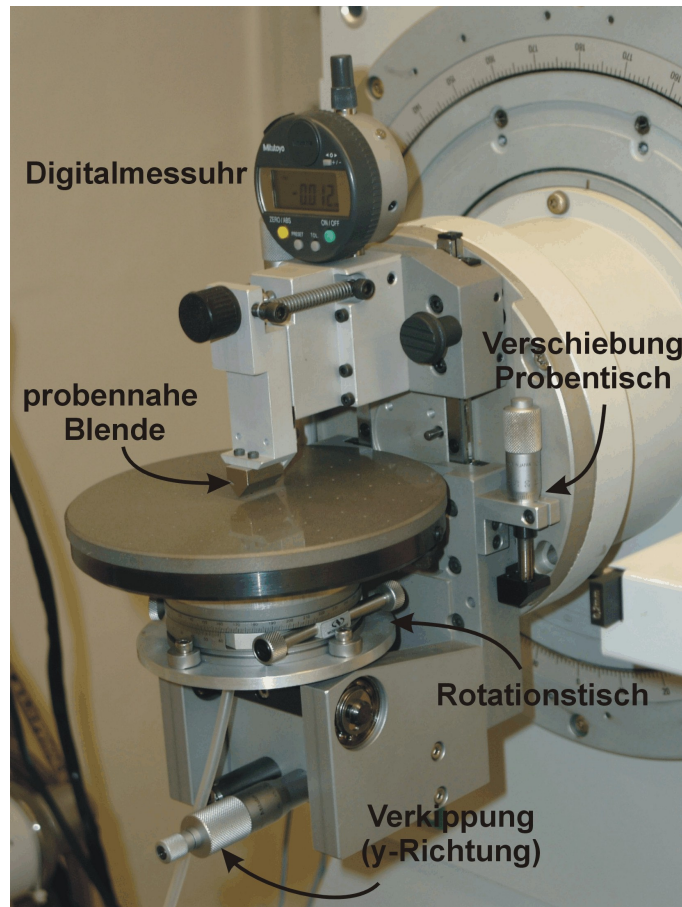


Abbildung 3.5: Probenhaltertisch des Goniometers. Der Tisch und die probennahe Blende sind radial zur Drehachse beweglich (die Mikrometerschraube zur Bewegung ist durch die Digitalmessuhr verdeckt). Mit der Digitalmessuhr wird die Verschiebung der probennahe Blende mit einer Auflösung von  $1\ \mu\text{m}$  angezeigt. Der ursprüngliche Aufbau des Probenhaltertisches wird um eine weitere Drehachse erweitert ( $\varphi$ -Achse), mit der die Probe um die z-Achse rotiert wird (Rotationstisch). Bei der Rotation bleibt die Probe durch eine Vakuumsaugung fixiert.

dem Tisch fixiert, die mit einer ölfreien Membranpumpe betrieben wird. Die Ansaugung wird durch konzentrische Bohrungen im Tisch erreicht, wobei die Größe des Ansaugbereichs durch Ventile an die Größe der Probe angepasst wird. Auf dem Probenhaltertisch werden Proben mit Durchmessern zwischen 5 mm und 150 mm (das entspricht einem 6"-Wafer) sicher fixiert. Schwere Probenstücke (wie z. B. die weiter unten vorgestellten Maßverkörperungen) werden ebenfalls sicher fixiert, da im Verlauf der Messung die Proben nur kleinen Verkippungen unterzogen werden.

## Detektorsystem

Es kommen zwei verschiedene Detektorsysteme zum Einsatz. Für hochauflösende Anforderungen steht ein NaI-Punktdetektor mit vorgeschaltetem Analysatorkristall zur Verfügung (vgl. Abb. 3.1). Mit dem LiF-Analysator wird die gestreute Röntgenstrahlung einer Energieselektion unterzogen, so dass ausschließlich Strahlung mit der Energie der  $K_{\alpha 1}$ -Linie des Kupfers der reflektierten Strahlung detektiert wird. Eventuell auftretende Fluoreszenzstrahlung von der Probe wird unterdrückt. Dem Detektor vorgeschaltet sind Blenden zur Auswahl des zu detektierenden Winkelbereichs.<sup>2</sup>

Für die Messung sind ausschließlich die relativen Intensitäten der gestreuten Röntgenstrahlung zu bestimmen. Daher ist der Betrieb des Detektors im linearen Bereich sicher zu stellen. Dies wird durch die Verwendung von Absorbern gewährleistet, die die Intensität der zum Detektor gelangenden Strahlung begrenzen. Die Nachweiswahrscheinlichkeit des NaI-Detektors für die Strahlung der eingesetzten Wellenlänge beträgt ca. 80 %.

Zusätzlich wird ein zweites Detektorsystem mit einem ortsempfindlichen Detektor (OED)<sup>3</sup> Typ PSD-50M der Fa. M. Braun eingesetzt[57]. Dieses besteht aus einem Proportionalzählrohr, das im Durchflussbetrieb mit P10-Zählgas betrieben wird. Mit diesem System wird gleichzeitig ein Winkelbereich von etwa vier Grad auf der Detektorachse gemessen. Die Ortsauflösung ist dabei vergleichbar mit der des Punktdetektors, allerdings ist der Einsatz eines Analysatorkristalls hier nicht möglich. Infolgedessen ist die zeitliche Kohärenz gegenüber dem Punktdetektor geringer. Daraus resultiert eine geringere Auflösung der mit diesem Aufbau gemessenen Space Maps. Die simultane Messung von mehreren hundert Punkten auf der  $2\theta$ -Achse führt zu einer deutlichen Verringerung der Messzeit für eine komplette Space Map (z. B. 24 h mit dem NaI-Detektor und ca. 1 h mit dem OED für die Messung einer Space Map eines GaAs/AlAs-Vielschichtsystems).

Die Nachweiswahrscheinlichkeit des Proportionalzählers ist vergleichbar mit der des NaI-Detektors, der Linearitätsbereich des Detektors über alle Positionen ist um den Faktor zwei geringer. Der Detektor findet daher erst bei sehr geringen gestreuten

---

<sup>2</sup>In diesem Zusammenhang wird zwischen den beiden eingesetzten Detektorsystemen als einem hochauflösenden System, bestehend aus den Blenden, dem Analysatorkristall und dem NaI-Detektor und den niederauflösenden System (OED) unterschieden. Durch den Einsatz weiterer Vorkristalle und Monochromatoren ließe sich die Auflösung des Messaufbaus weiter erhöhen. Aufgrund der damit verbundenen Intensitätseinbußen wird diese Option bisher nicht genutzt.

<sup>3</sup>Für diesen Detektortyp wird auch die Abkürzung PSD (Position Sensitive Detector) benutzt. Hier wird die deutsche Abkürzung gewählt, um Verwechslungen mit dem bereits eingeführten spektralen Leistungsdichtespektrum auszuschließen.

Intensitäten Verwendung, d. h. er wird im Bereich weit oberhalb des kritischen Winkels eingesetzt. Für den Messbereich des OEDs von ca.  $4^\circ$  auf der  $2\theta$ -Achse darf eine Zählrate von  $N = 70000 \text{ s}^{-1}$  nicht überschritten werden, da sonst eine Zerstörung des OEDs möglich ist.

Die Messungen der Schichtdicken durch spekuläre Reflektometrie werden ausschließlich mit dem Punktdetektor durchgeführt, da hier der Proportionalzähler keinen Zeitvorteil bringt. Die in dieser Arbeit gezeigten Streubilder werden mit dem Punktdetektor gemessen, um eine möglichst hohe Auflösung zu gewährleisten. Der OED kommt zur schnellen Erstellung von Übersichtsmessungen zum Einsatz.

## 3.2 Auflösung und Kohärenz

Die Messungen mit der diffusen Röntgenstreuung setzen eine hohe räumliche und zeitliche Kohärenz der Strahlung voraus. Entscheidend für die Messung ist das kohärent beleuchtete Volumen der Probe. Ein kohärentes Strahlungsfeld ist notwendig, um die statistischen Korrelationen der rauen Grenzflächen zu untersuchen. Für die Messungen muß die Kohärenzlänge  $L$  größer sein, als die Korrelationslänge  $\xi$  der Probe.

Auf eine ausführliche Behandlung der Kohärenz wird an dieser Stelle verzichtet. Umfassende Darstellungen sind z. B. in [39] und [46] gegeben. Im Folgenden werden die wichtigsten Beziehungen zur Kohärenz wiedergegeben und anhand dieser gezeigt, dass für den vorgestellten Versuchsaufbau Kohärenzlängen von einigen Mikrometern am Probenort erreicht werden.

Die Kohärenz der Strahlungsquelle gliedert sich in eine zeitliche und räumliche Kohärenz. Die zeitliche Kohärenz basiert auf der spektralen Qualität  $\lambda/\Delta\lambda$  der Strahlung. Für die daraus resultierende zeitliche Kohärenz  $L_P$  gilt:

$$L_{P_0} = \frac{\lambda}{2} \frac{\lambda}{\Delta\lambda}. \quad (3.1)$$

Zweiter Faktor ist die räumliche Kohärenzlänge  $L_S$ , für die gilt:

$$L_{S_0} = \lambda \frac{R}{2r_s} \approx \frac{\lambda}{2\phi_s} \approx \frac{\lambda}{\Delta\alpha_i}. \quad (3.2)$$

Dabei ist  $R$  der Abstand zwischen Strahlquelle und Probe,  $r_s$  die Größe der Quelle und  $\phi_s$  die Strahldivergenz bzw.  $\Delta\alpha_i$  die Strahldivergenz am Ort der Probe. Bereits

aus diesem Zusammenhang ist die hohe räumliche Kohärenz der bei Synchrotronstrahlung zu erkennen, da hier  $R$  im Bereich von einigen Metern liegt. Beim Einsatz von Laborquellen ist  $R$  in der Regel kleiner als ein Meter, um der wesentlich geringeren Intensität dieser Strahlungsquellen Rechnung zu tragen. Für den hier benutzten Aufbau ist  $R = 30$  cm.

Bei diesen Beziehungen handelt es sich um die Kohärenzlängen parallel zum Röntgenstrahl. Für die Messungen sind jeweils die auf die Probe projizierten Kohärenzlängen  $L_P$  (zeitlich) und  $L_S$  (räumlich) zu betrachten. Mit dem Projektionswinkel  $\alpha_i$  ( $\equiv$  Einfallswinkel) ergibt sich:

$$L_P = \frac{L_{P_0}}{\cos \alpha_i} \quad \text{und} \quad L_S = \frac{L_{S_0}}{\sin \alpha_i}. \quad (3.3)$$

Für die Durchführung der Streuexperimente ist sicher zu stellen, dass die Kohärenzlänge der Strahlung am Probenort größer ist als die Korrelationslängen. Für die totale Kohärenzlänge  $L_{\text{total}}$  ergibt sich:

$$L_{\text{total}} = \frac{\lambda}{2} \left( \frac{1}{\Delta \alpha_i \sin \alpha_i} + \frac{1}{\Delta \alpha_f \sin \alpha_f} \right) + \frac{\lambda}{\Delta \lambda} \left( \frac{1}{\cos \alpha_i} + \frac{1}{\cos \alpha_f} \right). \quad (3.4)$$

Dabei sind  $\alpha_f$  und  $\Delta \alpha_f$  der Winkel der reflektierten Strahlung und ihre Divergenz.

Aus Gl. (3.2) ergibt sich für den Versuchsaufbau bei einem Strichfokus, Cu-K $_{\alpha}$ -Strahlung und der übrigen im Experiment benutzten Abmessungen eine Kohärenzlänge von  $L_S \geq 13 \mu\text{m}$  bei einem Einfallswinkel von  $\alpha_i \approx 1^\circ$ .

Aus dieser Abschätzung wird ersichtlich, dass die Vermessung mesoskopischer Strukturen im Mikrometerbereich bereits an Laborquellen realisierbar ist. Die in den folgenden Kapiteln vorgestellten Messungen zeigen weiterhin, dass die notwendige Auflösung in der reziproken Ebene erreicht wird.



# Kapitel 4

## Schichtdickenmessung

Die Röntgenreflektometrie bietet die Möglichkeit, ultradünne Schichten mit hoher Präzision zu messen. Die Ellipsometrie ist die zur Zeit am häufigsten genutzte Methode zur zerstörungsfreien Messung dünner Schichten. Bis heute sind Schichtdickenstandards nicht oder nur mit großen Messunsicherheiten verfügbar. Im Rahmen des Projektes „Kalibrierte Referenznormale für Schichtdicken im Nanometerbereich“ werden Prototypen für Schichtdickennormale hergestellt und charakterisiert. Die Röntgenreflektometrie (XRR) dient dabei als Referenzmethode. Es werden Normale für die Reflektometrie und Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA bzw. XRF) und die Ellipsometrie hergestellt. Ein weiteres Projekt dient der Herstellung eines Normals für Rasterkraftmikroskope (SFM). Die Ergebnisse werden im folgenden Abschnitt vorgestellt und diskutiert.

### 4.1 Normale für die Röntgenreflektometrie und die Röntgenfluoreszenzanalyse

Zur Herstellung von Schichtdickennormalen für die Röntgenreflektometrie werden Prototypen der Maßverkörperungen angefertigt (siehe Abb. 4.1). Ziel des Entwurfs ist es, leicht handhabbare Körper zu produzieren, die sowohl mechanisch als auch zeitlich stabil sind, d. h. die Schichtdicken sollen für mehrere Jahre bei Lagerung unter Laborbedingungen konstant bleiben. Für die Schichten kommen Materialien zum Einsatz, die in der industriellen Praxis häufig Anwendung finden und gleichzeitig die Forderung nach zeitlicher Stabilität erfüllen. Die mechanischen Eigenschaften werden durch den Substratträger gewährleistet.

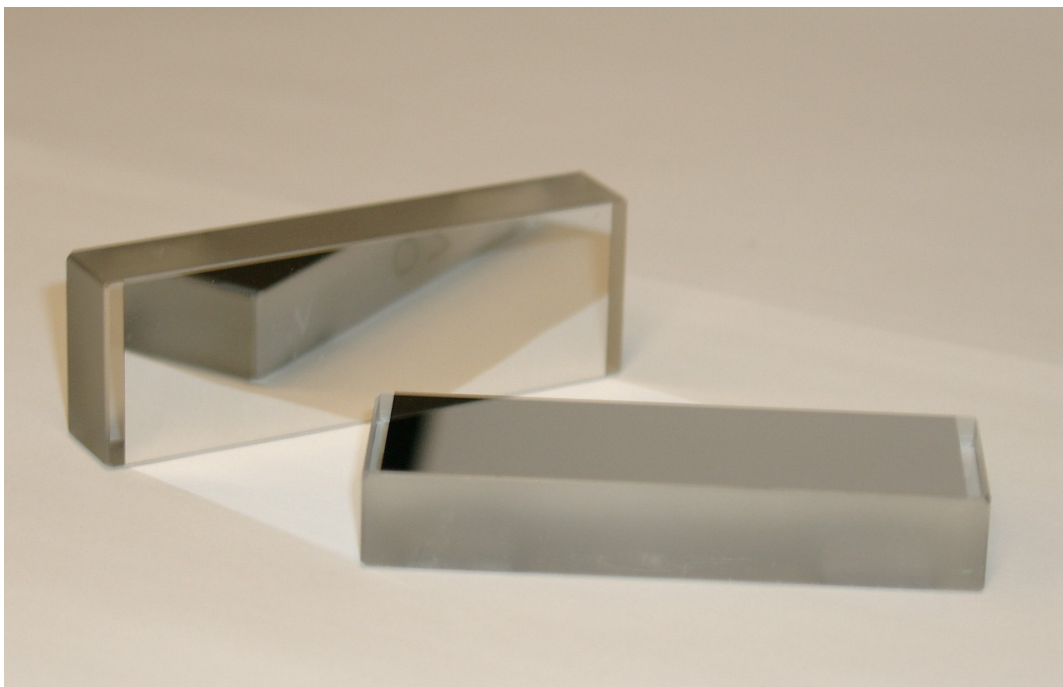


Abbildung 4.1: Prototypen für die Maßverkörperungen der Schichtdickenstandards für XRR und XRF. Die Artefakte haben Abmessungen von  $60 \times 20 \times 10 \text{ mm}^3$ . Abgebildet sind ein Pt-50- (stehend) und ein Ni-50-Normal.

Der Aufbau der Prototypen ist in Abb. 4.2 gezeigt. Das Platin kann als Edelmetall ohne Deckschicht eingesetzt werden. Die Nickelschichten werden mit schützenden Kohlenstoffschichten von 2-3 nm zwischen Substrat und Nickel und auf der Oberfläche versehen, um die Oxidation des Metalls durch den Sauerstoff der Luft zu verringern. Zusätzlich dienen sie als Diffusionsbarriere für das Nickel. Die Schichten werden mit Nominaldicken von  $d = 50 \text{ nm}$  und  $d = 10 \text{ nm}$  hergestellt.

Das Aufbringen der Metallschichten auf die Glasträger geschieht mit Pulsed Laser Deposition (PLD). Die Oberfläche wird vor der Beschichtung durch Ionenstrahlätzen geglättet und die mittlere Rauheit  $R_a$  wird von  $R_a \approx 0,75 \text{ nm}$  auf  $0,14 \text{ nm} \leq R_a \leq 0,27 \text{ nm}$  verringert. Die Rauheit wird mit einem Rasterkraftmikroskop gemessen. Bei diesem Verfahren wird der Glasträger mit einer Lackschicht versehen. Die Abtragraten des Ionenstrahlätzens sind abhängig vom Einfallswinkel des Ionenstrahls in Bezug auf die Oberfläche. Unter einem festen Winkel  $\alpha_K$  sind die Ätzraten für den Lack und das Substratmaterial (Glas) identisch. Durch Abätzen der Lackschicht wird bei diesem Winkel die geringere Oberflächenrauheit des Lacks auf das Substrat übertragen. Diese aufwendige Technik ist notwendig, um die Ausbildung einer scharfen, gut definierten Grenzfläche zwischen dem Substrat und der Metall-



schicht zu gewährleisten. Die hohe Qualität der Grenzfläche ist notwendig, um bei den Messungen Reflektogramme zu erreichen, deren Form durch die Schichtdicke geprägt wird, d. h. die Grenzflächenrauheit einen nachrangigen Einfluss hat.

Die Bestimmung der Schichtdicken erfolgt mit Hilfe der Röntgenreflektometrie in vier verschiedenen Labors mit unterschiedlichen Messaufbauten. Die Auswertung wird bei den jeweiligen Gruppen unabhängig voneinander und mit verschiedenen Techniken durchgeführt. Die beteiligten Gruppen sind: Das Labor 7.21 (Röntgenradiometrie) der PTB in Berlin (PTB-B), das einen Messplatz am BESSY-II<sup>1</sup> betreibt. Das Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik in Dresden (IWS) und das Institut für Oberflächenmodifizierung in Leipzig (IOM). Das IWS und das IOM benutzen kommerzielle Diffraktometer. Die Messungen des Projektes 5.103 (Charakterisierung von Grenzflächen, PTB-B) werden an dem in Kap. 3 beschriebenen Messaufbau durchgeführt.

In Tabelle 4.2 sind die Ergebnisse der Messungen der vier Gruppen für einen Satz Schichtdickennormale zusammengefasst. Die Ergebnisse werden anhand der im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messungen diskutiert. Die Reflektogramme für die vier Normale (Ni-10, Ni-50, Pt-10, Pt-50) sind in den Abbildungen 4.3 bis 4.6 wiedergegeben.

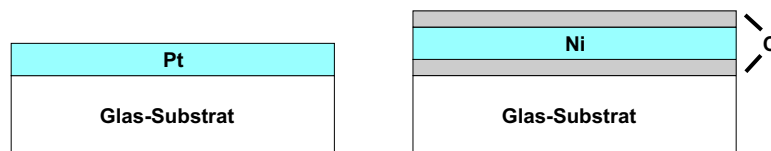


Abbildung 4.2: Prinzipieller Schichtaufbau der Dickenstandards für XRR/XRF. Es werden Maßverkörperungen mit einer Pt-Schicht und C-Ni-C-Schichtsystem zur Verfügung gestellt. Die einzelne Pt-Schicht auf einem Glassubstrat (links) wird mit nominellen Dicken von  $d = 10$  nm und  $d = 50$  nm hergestellt. Der zweite Typ besteht aus einer Ni-Schicht mit den gleichen nominellen Dicken, die durch dünne Kohlenstoffschichten ( $d = 2 \dots 3$  nm) abgedeckt wird.

In den gezeigten Reflektogrammen ist die Reflektivität  $R$  jeweils über der Streuvektorkomponente  $q_z$  aufgetragen. Die gemessene, reflektierte Intensität  $I$  ist normiert auf die maximale, reflektierte Intensität  $I_{\max}$  unterhalb des kritischen Winkels  $\alpha_{\text{krit}}$ . Näherungsweise gilt:  $R = I(q_z)/I_{\max}$ , da unterhalb des kritischen Winkels  $I_{\max} \approx I_0$  gilt.

Für einige Elemente sind die kritischen Winkel und weitere Parameter in Tabelle 4.1 aufgelistet.

<sup>1</sup>Berliner Elektronenspeicherring-Gesellschaft für Synchrotronstrahlung

Element	$\rho$ [g cm <sup>-3</sup> ]	$\alpha_{\text{krit}}$ [°]	$q_{z,\text{krit}}$ [nm <sup>-1</sup> ]	$\delta$	$\beta$	$\Lambda$ [μm]
C	2,267	0,215	0,306	$7,0673 \cdot 10^{-6}$	$1,1271 \cdot 10^{-8}$	1056,0
Si	2,33	0,223	0,318	$7,6028 \cdot 10^{-6}$	$1,7278 \cdot 10^{-7}$	70,85
Al	2,70	0,236	0,336	$8,4715 \cdot 10^{-6}$	$1,5488 \cdot 10^{-7}$	79,00
Ni	8,908	0,400	0,570	$2,431 \cdot 10^{-5}$	$5,0955 \cdot 10^{-7}$	24,02
Ga	6,09	0,331	0,471	$1,6649 \cdot 10^{-5}$	$4,4940 \cdot 10^{-7}$	27,25
As	5,73	0,321	0,457	$1,5714 \cdot 10^{-5}$	$5,1285 \cdot 10^{-7}$	23,89
Mo	10,2	0,434	0,618	$2,8635 \cdot 10^{-5}$	$1,8721 \cdot 10^{-6}$	6,546
Pt	21,5	0,584	0,832	$5,192 \cdot 10^{-5}$	$5,1006 \cdot 10^{-6}$	2,403

Tabelle 4.1: Materialparameter für die Röntgenreflektometrie (aus [37]). Tabelliert sind neben der Dichte  $\rho$  und dem kritischen Winkel  $\alpha_{\text{krit}}$  die Dispersion  $\delta$ , die Absorption  $\beta$  und die Eindringtiefe  $\Lambda$ . Die Werte gelten für die  $K_{\alpha}$ -Strahlung des Kupfers ( $\lambda = 0,154$  nm bzw. 8048 eV).

Die Schichtdicken  $d$  der Platin- und Nickelschichten werden durch Anpassung eines simulierten Reflektogramms an die Messkurven extrahiert. Den Simulationen liegen die in Kap. 2 beschriebenen Theorien zugrunde.

Die Reflektogramme setzen sich aus zwei Anteilen zusammen: dem an der mittleren Grenzfläche spekulär reflektierten und einem diffusen Anteil, der durch die Rauheit der Grenzfläche hervorgerufen wird. In dem simulierten Reflektogramm werden beide Anteile berücksichtigt. Die spekuläre Reflexion wird durch eine Fresnelsche Theorie nach Parrat beschrieben, die ideal glatte Grenzflächen beinhaltet. Die Schicht wird hier als ein homogenes Medium angenommen, das durch einen einzelnen, konstanten komplexen Brechungsindex  $n$  charakterisiert wird.

Die Rauheit führt zu einer Verschmierung der scharfen Grenzfläche. In der Simulation wird für den Verlauf der Dichte<sup>2</sup>  $\rho$  senkrecht zur mittleren Grenzfläche eine erf-Funktion angenommen, d. h. die zugehörige Höhenfluktuation an der Grenzfläche entspricht einer Gaußverteilung. In den Rechnungen wird die Rauheit durch die rms-Rauheit  $\sigma$  beschrieben.

Die weiteren Parameter zur Beschreibung einer Schicht sind die Dichte  $\rho$  und die atomaren Konstanten der in der Schicht enthaltenen Elemente: Dispersion  $\delta$  und Ab-

---

<sup>2</sup>Streng genommen ist das Elektronendichteprofil gemeint. Vgl. auch Kap. 2

sorption  $\beta$  bzw. die Dispersionskorrekturen  $f'$  und  $f''$ . Mit beiden Parametersätzen ist der für die Simulation notwendige komplexe Brechungsindex  $n$  berechenbar.

Für die Anpassung der simulierten Reflektogramme werden ausschließlich die Parameter Schichtdicke und Rauheit variiert. Für die Dichte wird jeweils der in der Literatur tabellierte Wert angenommen. Im Fall des Glassubstrats ist die Dichte des Materials durch eine gesonderte Dichtemessung des Herstellers ermittelt worden.

Für dünne Schichten kann i. a. nicht der Wert des massiven, makroskopischen Festkörpers (bulk) für die Dichte angenommen werden. Die Bestimmung der tatsächlichen Dichte stellt für ultradünne Schichten eine bisher nicht zufriedenstellend gelöste Aufgabe dar, sowohl in Bezug auf die erforderliche Messtechnik, als auch für die theoretische Interpretation eines solchen makroskopisch definierten Materialparameters. Eine mikroskopische Definition kann nicht existieren, da hier die statistischen Anforderungen der Definition nicht zu erfüllen sind.

Für die Simulation werden in der Praxis folgende Überlegungen herangezogen. Der kritische Winkel ist proportional zur Dichte  $\rho$ . Gravierende Änderungen (mehrere Prozent) der Dichte der Schicht, führen zu einer messbaren Verschiebung des kritischen Winkels. Die Dichte ultradünner Schichten ist kleiner oder maximal gleich der zugehörigen makroskopischen Dichte. Die maximale Dichte wird im perfekten Einkristall erreicht. Bei der Herstellung entstehen durch Korngrenzen, Leerstellen und andere Kristallbaufehler verringerte Dichten. Die verfügbaren Wachstumsverfahren (MBE, MOVPE, PLD etc.) sind so weit ausgereift, dass sie die maximale Dichte praktisch erreichen.

Im Rahmen des Avogadro-Projektes werden zu den Einflüssen der Kristallbaufehler auf die Dichten von Siliciumeinkristallen Dichtemessungen durchgeführt und mit den Konzentrationen von Leerstellen und Agglomeraten verglichen. Diese Untersuchungen zeigen, dass die Dichten von Siliziumeinkristallen um weniger als  $10^{-6}$  variieren [60].

In Kap. 2 und im Abschnitt 4.2 wird für Einschichtsysteme gezeigt, dass die Lage der Interferenzmaxima ausschließlich von der Schichtdicke abhängig ist. Die Dichte hat nur einen untergeordneten Einfluss auf die Oszillationen.

Eine im Verlauf der Auswertung gefundene Abweichung zwischen dem gemessenen kritischen Winkel und dem theoretischen Wert ist i. a. durch unzureichende Justierung des Messaufbaus bedingt, da die Fehljustierung die wahrscheinlichere Ursache für die beobachtete Diskrepanz ist. Alle untersuchten Prototypen für einen Schichtdickenstandard werden mit den jeweiligen Literaturwerten für die Dichte der Schichtmaterialien ausgewertet.

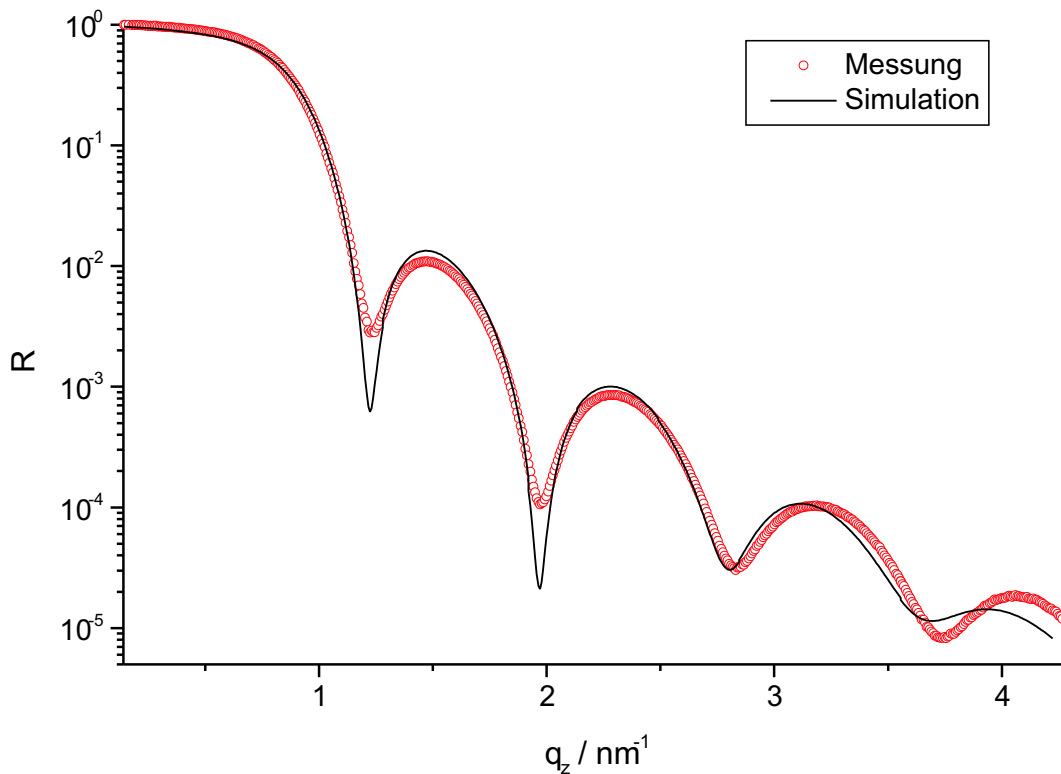


Abbildung 4.3: Reflektogramm des Platinstandards mit einer nominellen Dicke von  $d = 10$  nm. Aufgetragen ist die normierte Reflektivität  $R$  über dem senkrechten Impulsübertrag  $q_z$ . Der kritische Winkel ( $q_{z,\text{krit}} = 0,832 \text{ nm}^{-1}$ ) ist aufgrund der starken Absorption des Platin undeutlich ausgeprägt. Die Anpassung der Simulation an die Messung ergibt eine Schichtdicke von  $d = 6,92(20)$  nm. (Die Abweichung von der nominellen Dicke ist herstellungsbedingt.)

Die Messungen überstreichen einen dynamischen Bereich von fünf bis sieben Größenordnungen. Die Reflektogramme werden jeweils gemessen, bis die reflektierte Intensität mit dem Nulleffekt am Messplatz vergleichbar ist ( $N_0 \approx 0,3 \text{ s}^{-1}$  oder keine auswertbare Struktur (Oszillationen) vorhanden ist. Der Winkelbereich variiert daher von  $2\theta = 4^\circ \dots 7^\circ$ . Aufgrund der Dichten von Platin und Nickel ergibt sich für die Platinnormale ein größerer Messbereich in  $q_z$ .

Für die Auswertung der Messungen wird die Simulation ohne Korrekturen für die Auflösung des Messaufbaus genutzt. Die simulierten Reflektogramme der Normale für eine nominelle Schichtdicke von  $d = 50$  nm sind zusätzlich geglättet dargestellt, d. h. es wird der gleitende Mittelwert über fünf simulierte Punkte berechnet. Dies entspricht einer Faltung der Kurve mit einer Auflösungsfunktion. Die gaußförmige Auflösungsfunktion des Messaufbaus wird dabei durch eine Rechteckfunktion genä-

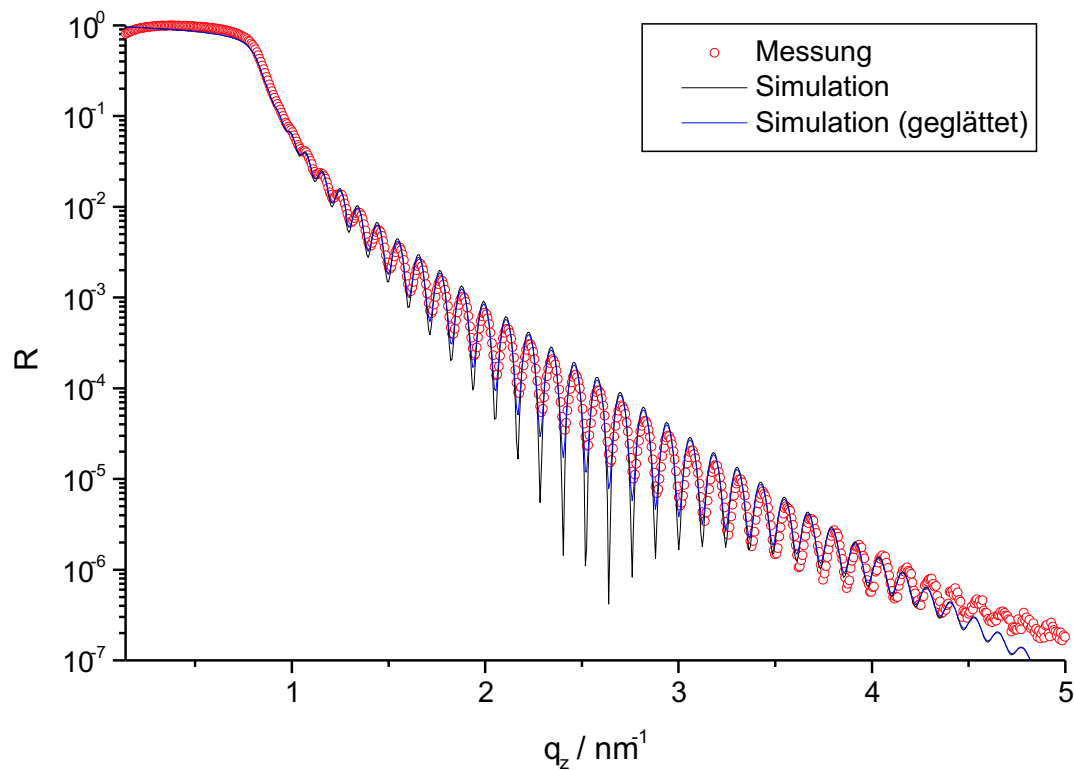


Abbildung 4.4: Reflektogramm des Platinstandards mit einer nominellen Dicke von  $d = 50$  nm. Aufgetragen ist die normierte Reflektivität  $R$  über dem senkrechten Impulsübertrag  $q_z$ . Die Anpassung der Simulation an die Messung ergibt eine Schichtdicke von  $d = 49,9(5)$  nm. Aus der großen Schichtdicke folgt eine dichte Abfolge von Interferenzmaxima und -minima. Die Minima können aufgrund der begrenzten Auflösung des Messplatzes nicht mehr vollständig ausgemessen werden (Vergleich mit Simulation, schwarze Kurve. In der geglätteten Simulation (blaue Kurve) wird die theoretische Reflexionskurve mit einer Rechteckfunktion für die Geräteauflösung gefaltet.

hert.

Für die Interferenzmaxima bedeutet die begrenzte Auflösung keine signifikante Änderung. Die verringerte Auflösung wird bei der Messung der Minima in der Reflexionskurve deutlich. Die Bestimmung der Schichtdicke wird durch eine begrenzte Auflösung nicht beeinflusst.

Die Auflösung begrenzt die maximal messbare Schichtdicke, da bei zu dicken Schichten die Interferenzmaxima nicht mehr getrennt sind. Die obere Grenze des Messbereichs ist vom Material der Schicht abhängig, da sowohl Dispersion als auch Absorption bei der genutzten Wellenlänge  $\lambda$  die Amplituden der Interferenzen bestimmt.

Die bei der Simulation ermittelten Rauheiten sind als für die Anpassung notwendige

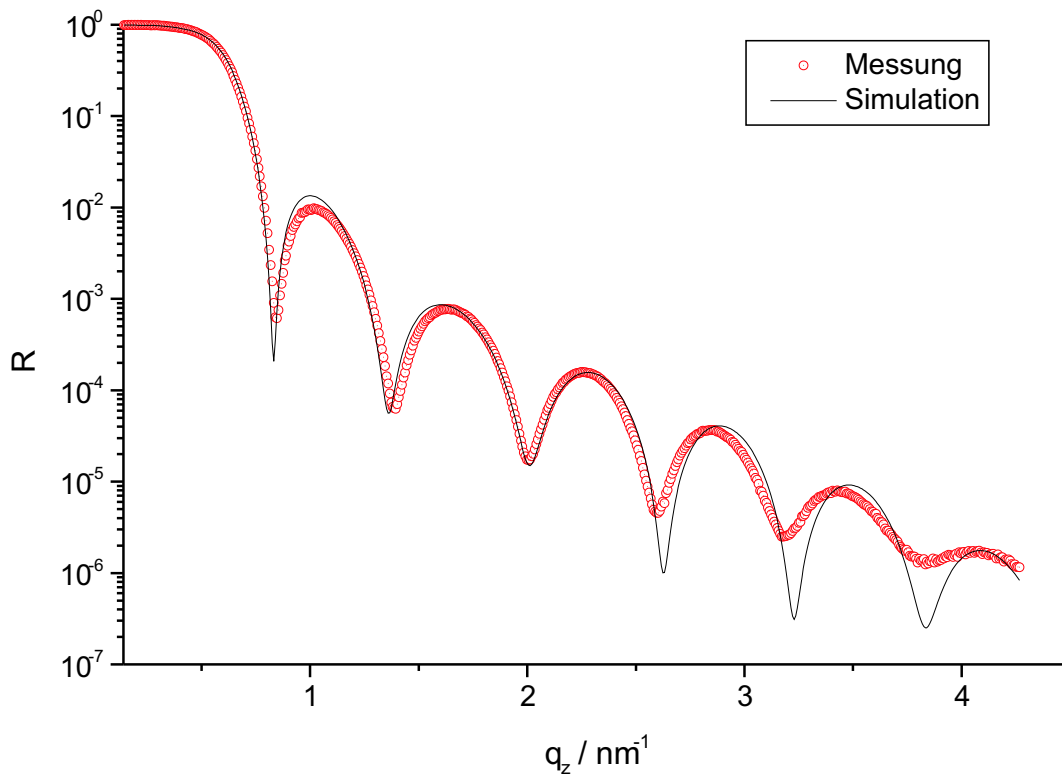


Abbildung 4.5: Reflektogramm des Nickelstandards mit nomineller Dicke von  $d = 10$  nm. Aufgetragen ist die normierte Reflektivität  $R$  über dem senkrechten Impulsübertrag  $q_z$ . Der kritische Winkel ( $q_{z,\text{krit}} = 0,570 \text{ nm}^{-1}$ ) ist deutlicher ausgeprägt als bei dem bereits vorgestellten Pt-Normal, da die Absorption des Nickels um ca. eine Größenordnung geringer als die des Platins ist. Die Anpassung ergibt eine Schichtdicke von  $d = 9,9(2) \text{ nm}$ .

Parameter zu verstehen. Für die Platinnormale variieren sie zwischen  $\sigma = 0,4 \text{ nm}$  und  $0,8 \text{ nm}$ . Damit ist auch für das Pt-10-Normal die Randbedingung der Theorie erfüllt, dass die Schichtdicke  $d$  größer ist als die zugehörige Grenzflächenrauheit  $\sigma$ .

Für die Nickelnormale stellen die dünnen Kohlenstoffsichten mit nominellen Schichtdicken von  $d = 2 \dots 3 \text{ nm}$  vor diesem Hintergrund eine Schwierigkeit dar. Die bei der Anpassung ermittelten Rauheiten sind in der gleichen Größenordnung wie die Schichtdicken. Weiterhin haben sie eine große Variationsbandbreite für die Anpassung, d. h. ein exakter Wert kann nicht sicher zugeordnet werden. Die Rauheiten der Nickelschicht verhalten sich ähnlich gutmütig wie bei den Platinschichten. Die Kohlenstoffsichten stellen aus der Sicht der Theorie als ganzes die Rauheit der Nickelgrenzfläche dar.

Diese Eigenschaften der Nickelproben stellen keine Einschränkung in Bezug auf die Nutzung der Prototypen als Schichtdickennormale dar. Eine Vergrößerung der Kohlenstoffschichten erscheint für den Einsatz im Routinebetrieb sinnvoll, da hierdurch die beschriebene theoretische Ungenauigkeit vermieden und gleichzeitig der Einfluss durch Veränderungen der Kohlenstoffschichten auf die Form der Reflexionskurven verringert wird.

Langzeitmessungen haben Evidenzen für eine Anlagerung von Kohlenstoff aus der Luft an die Normale gezeigt. Organische Verbindungen in der Luft (auch in Restgasatmosphären) werden durch die intensive Röntgenstrahlung ionisiert und lagern sich vermehrt an den Oberflächen an [101].

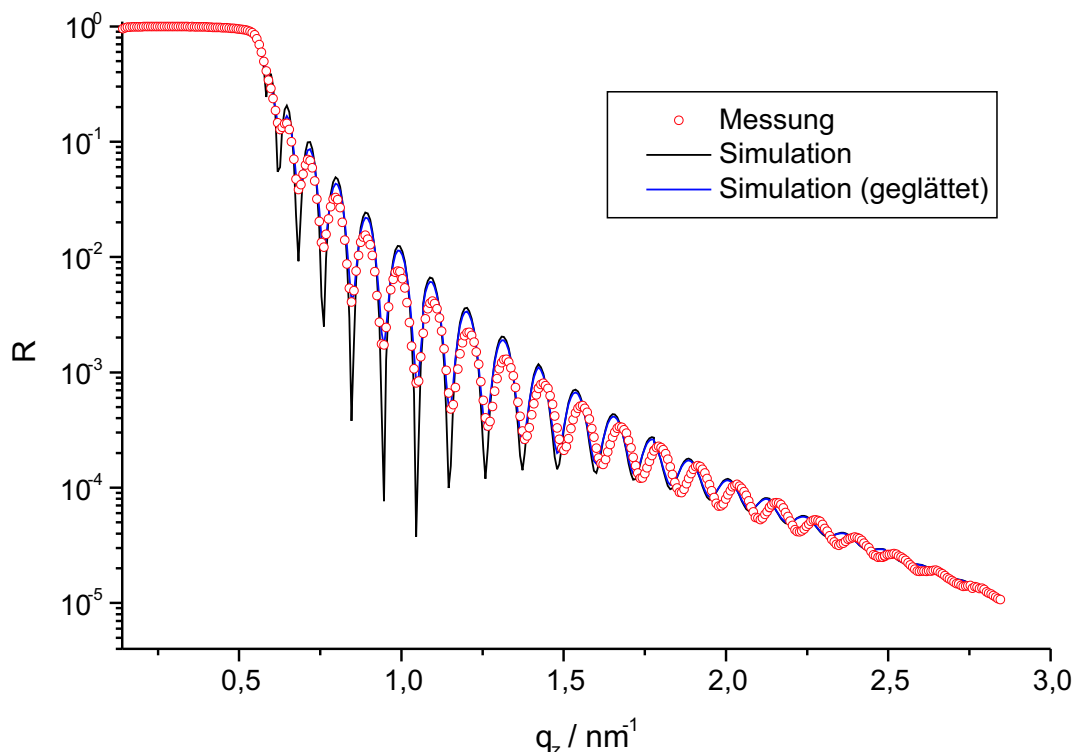


Abbildung 4.6: Reflektogramm des Nickelstandards mit nomineller Dicke von  $d = 50$  nm. Aufgetragen ist die normierte Reflektivität  $R$  über dem senkrechten Impulsübertrag  $q_z$ . Die Anpassung der simulierten Kurve an das Reflektogramm ergibt eine Schichtdicke von  $d = 49,7(4)$  nm. Für die blaue Kurve wird die ursprüngliche Simulationskurve (schwarz) mit einer Auflösungsfunktion (Rechteckfunktion) gefaltet.

Die in Tabelle 4.2 aufgelisteten Ergebnisse belegen die hohe Genauigkeit der Schichtdickenmessungen. Die Messwerte der verschiedenen Arbeitsgruppen stimmen im Rahmen der Unsicherheiten (soweit verfügbar) überein. Die einzige auffällige Abweichung ist die Messung des IOM am Substrat 21, die allerdings weniger als 1 nm vom

Subst.-Nr.	Element	Schichtdicken $d$ / nm				$\bar{d}/nm$	$\sigma$
		PTB-BS	PTB-B	IWS	IOM		
21	Ni	49,7(4)	49,4(5)	49,59(50)	50,39	49,77	0,37
12	Ni	9,9(2)	9,9(1)	9,91(20)	10,03	9,94	0,06
30	Pt	49,9(5)	49,9(5)	49,87(50)	49,99	49,92	0,05
24	Pt	6,96(20)	7,0(1)	6,94(20)	6,98	6,97	0,02

Tabelle 4.2: Vergleichsmessungen an einem Satz von Prototypen für einen XRR/XRF-Schichtdickenstandard [90]. Neben den Messungen an dem Aufbau in der PTB (PTB-BS) werden Messungen am PTB-Messplatz am BESSY-II (PTB-B), dem Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik in Dresden (IWS) und dem Institut für Oberflächenmodifizierung in Leipzig (IOM) durchgeführt. Angegeben sind weiterhin der Mittelwert  $\bar{d}$  der Messungen und die Standardabweichung  $\sigma$ .

Mittelwert abweicht und damit keinen Ausreißer im Sinne der Definition darstellt. Im Rahmen des Projektes werden weitere Schichtdickennormale von den Projektbeteiligten untersucht, die die hier vorgestellten Untersuchungen bestätigen.



## 4.2 Normale für die Ellipsometrie

Für die Ellipsometrie werden Schichtdickennormale aus thermisch aufgewachsenem  $\text{SiO}_2$  auf Siliciumwafern am Institut für Mikroelektronik in Stuttgart hergestellt. Ihr Aufbau ist in Abb. 4.7 gezeigt. Es werden Schichtdicken zwischen  $d = 6$  nm und  $d = 1000$  nm charakterisiert und für die Ellipsometrie zur Verfügung gestellt. Die Oberfläche der Normale enthält neben der Signatur des Herstellers und dem Produktionsdatum eine für Rasterkraftmikroskope antastbare Struktur, die aus der  $\text{SiO}_2$ -Deckschicht herausgeätzt wird. Damit sind diese Normale zusätzlich für SFMs nutzbar.

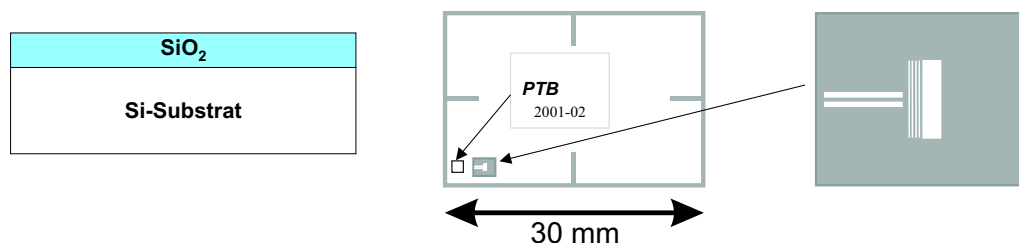


Abbildung 4.7: Aufbau und Strukturierung der Schichtdickennormale für die Ellipsometrie. Auf ein Si-Substrat werden thermisch  $\text{SiO}_2$ -Schichten verschiedener Dicken aufgewachsen (links). Die Oberfläche der Proben (Mitte) ist mit einer Markierung des Messfeldes für die Ellipsometrie versehen. In der Ecke links unten ist zusätzlich eine Typenkennung der Probe angebracht. Für die Nutzung durch SFM ist zusätzlich eine Linienstruktur in das  $\text{SiO}_2$  geätzt, um das notwendige topografische Muster zu erzeugen. (Ausschnittsvergrößerung Rechts).

Die Schichtdickenbestimmung erfolgt wiederum mit der Röntgenreflektometrie. Bei einer Photonenenergie von  $E = 8048$  eV sind Schichtdicken bis maximal 100 nm messbar. Durch Änderung der Photonenenergie werden auch die dickeren Schichten gemessen. Dabei wird geringere Absorption bei niedrigeren Photonenenergien und die Vergrößerung der Differenz zwischen den Brechungsindizes für das Silicium und das  $\text{SiO}_2$  ausgenutzt. Dies vergrößert den Abstand zwischen Maxima und Minima in den Reflexionskurven und erlaubt damit bei konstanter Auflösung des Reflektometers eine Identifizierung der Maxima. Diese Messungen werden am BESSY-II durchgeführt, da hier eine kontinuierliche Änderung der Photonenenergie möglich ist [36].

In Abb. 4.2 ist die Messung an einer Probe mit einer nominellen Dicke von  $d = 68$  nm gezeigt, die am Messplatz der PTB in Braunschweig bei einer Wellenlänge von  $\lambda = 0,154$  nm durchgeführt wird.

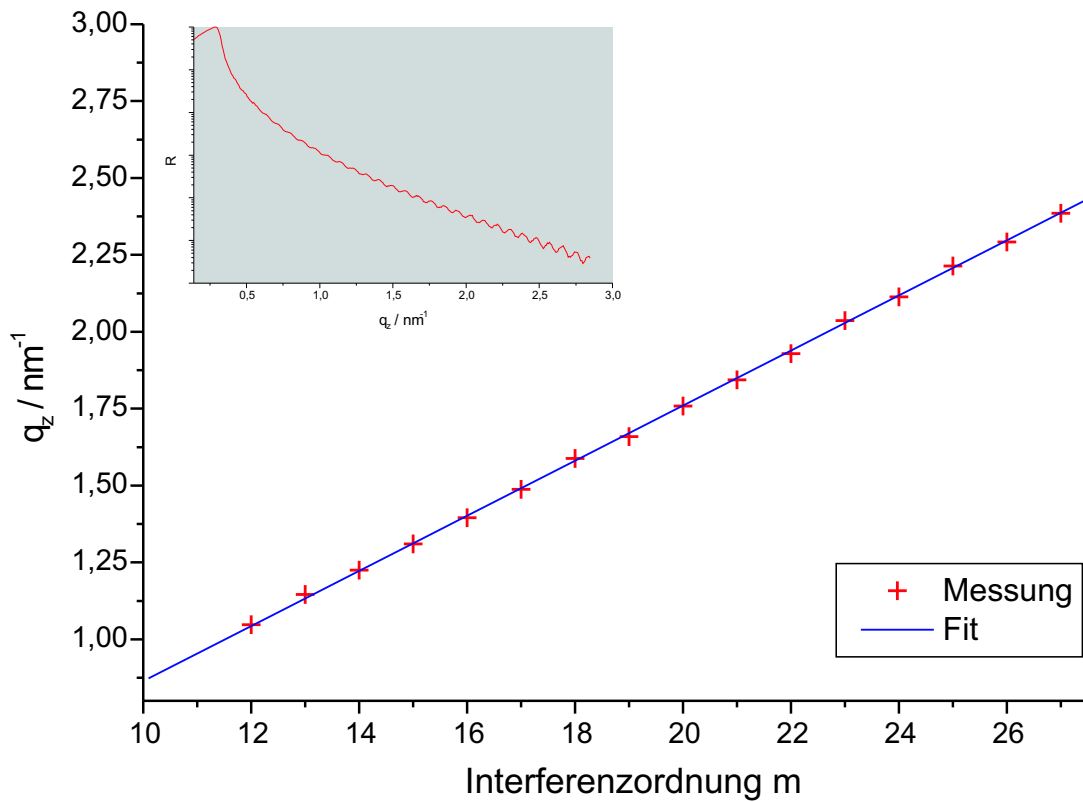


Abbildung 4.8: Messung an einem Schichtdickenstandard für die Ellipsometrie. Aufgetragen ist der senkrechte Impulsübertrag  $q_z$  des n.-Maximums über seiner Beugungsordnung  $m$ . Das zugrundeliegende Reflektogramm ist im Fenster oben links dargestellt. Aus der Steigung der Ausgleichsgeraden wird eine Schichtdicke von  $d = 70,1(25)$  nm.

Für Einschichtsysteme besteht die Möglichkeit, die Messungen analytisch auszuwerten. Die theoretischen Grundlagen sind in Abschnitt 2.3.1 beschrieben. Die Berechnung der Schichtdicken  $d$  aus der Lage der Kiessig-Linien<sup>3</sup> ([43] und [44]) vereinfacht sich im reziproken Raum zu:

$$d = \frac{2\pi}{\Delta q_z} \quad (4.1)$$

bzw.

$$q_z = \frac{2\pi}{d} \cdot m + b, \quad (4.2)$$

$d$  ist die Schichtdicke,  $\Delta q_z$  ist der Abstand zwischen zwei aufeinanderfolgenden Maxima und  $b$  der Achsenabschnitt [39]. Wie aus Abb. 4.2 ersichtlich ist, kann die exakte

<sup>3</sup>Die von Kiessig zuerst beobachteten Maxima in den Reflexionskurven werden auch als Kiessig-Linien bezeichnet. Seine Untersuchungen berücksichtigen noch nicht die Rauigkeiten der Grenzflächen und sind auf Einschichtsysteme beschränkt.

Ordnung der Maxima nicht sicher ermittelt werden, da sich die ersten Maxima aufgrund des geringen Dichtekontrasts nicht eindeutig ausprägen. Die Bestimmung der Schichtdicke  $d$  ist hierdurch nicht beeinflusst, wie aus den Gln. (4.1) und (4.2) zu ersehen ist. Praktische Erwägungen führen zu der Forderung:  $b \approx 0$ , so dass eine Zuordnung der Interferenzordnung zu den Maxima im Zuge der Auswertung möglich wird.

Für die gezeigte Probe ergibt sich eine Schichtdicke von  $d = 70,1(25)$  nm. Die Auswertung der Messung mit Hilfe der Anpassung eines simulierten Reflektogramms an die Messkurve ergibt:  $d = 69,0(2)$  nm. Beide Methoden führen im Rahmen der Messunsicherheiten zu übereinstimmenden Ergebnissen. Die Angabe der Unsicherheiten erfolgt auf der Basis von Überlegungen, die in Abschnitt 4.4 diskutiert werden.

### 4.3 Normale für die Kraftmikroskopie

Für die laterale Kalibrierung von Rasterkraftmikroskopen werden kalibrierte Normale hergestellt, deren Perioden mit der Röntgenreflektometrie charakterisiert werden. Zur Realisierung dieser Normale werden mit der Molekularstrahlepitaxie (MBE) Vielschichtsysteme gewachsen, deren Periode mit der Röntgen- bzw. Neutronenreflektometrie gemessen wird. Das System wird nachfolgend senkrecht zu den Grenzflächen gespalten und selektiv geätzt, um den für ein Rasterkraftmikroskop notwendigen topografischen Kontrast zu erzeugen (siehe Abb. 4.9).

Bei diesem Herstellungsprozess sind folgende Anforderungen einzuhalten: Die Schichten des Vielschichtsystems müssen als einkristalline Schichten gewachsen werden, da hier beim Spalten glatte Spaltflächen entstehen. Im Fall polykristalliner oder amorpher Schichten ist dies nicht gewährleistet. Damit kommen Sputtertechniken für die Präparation nicht in Betracht, d. h. hochreflektive Systeme (für die Reflektometrie) wie z. B. Wolfram oder Molybdän können nicht genutzt werden. Für die Herstellung des Topografiekontrasts durch selektives Ätzen muss für die benutzte Materialkombination eine entsprechende ätzende Lösung verfügbar sein, was für das Materialsystem Gallium-Aluminium-Arsen gewährleistet ist [65]. Der bei diesem System erreichbare Dichtekontrast ist für die Röntgenreflektometrie ausreichend.

Das Design der Schichtstruktur ergibt sich aus der Forderung nach verschiedenen Perioden für die Kalibrierung von SFMs und der begrenzten Analysetiefe der Röntgenreflektometrie. Die zu messende Schichtstruktur wird durch eine möglichst dünne Deckschicht GaAs überwachsen. Auf die Hauptperiode folgt eine dicke Schicht GaAs ( $d = 500$  nm), in der die Röntgenstrahlung vollständig absorbiert wird, um einen

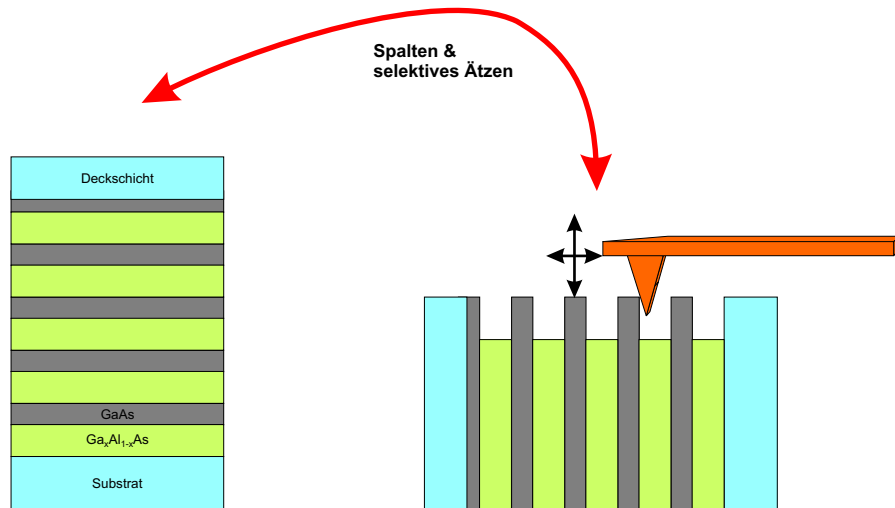


Abbildung 4.9: Schema der Herstellung und des Aufbaus der Normale für die Rasterkraftmikroskopie. Zunächst wird ein Vielschichtsystem hergestellt (z. B. mit MBE), deren Periode mit der Röntgen- und Neutronenreflektometrie gemessen wird (links). Der Kristall wird nachfolgend gespalten und mit einem selektiven Ätzprozess wird die Schichtfolge in ein topografisches Profil für die Antastung mit dem SFM umgewandelt. Das hier exemplarisch gezeigte GaAs/AlAs-System ist für diese Technik geeignet, da beim Spalten eine ebene Spaltfläche entsteht und das AlAs selektiv geätzt werden kann.

Einfluss der zweiten Struktur auf die Schichtdickenmessung mit der Röntgenreflektometrie auszuschließen.

Die Periode des zweiten Schichtsystems ergibt sich durch eine Transferrechnung, bei der die durch die Reflektometrie kalibrierte Wachstumsrate zur Bestimmung der Periode des zweiten Systems genutzt wird. Die Unsicherheit des ersten Schichtsystems ist kleiner als ein Nanometer, die des zweiten Systems ist demgegenüber etwas vergrößert ( $1 \text{ nm} < \Delta d < 2 \text{ nm}$ ).

Zusätzliche Messungen mittels Neutronenreflektometrie erlauben es, die Periode des zweiten Schichtsystems direkt zu messen[45], da die Eindringtiefe für Neutronen wesentlich größer ist als für Röntgenstrahlen. Die Unsicherheiten dieser Messung sind größer als bei der Röntgenreflektometrie, da sich in den Reflektogrammen die Interferenzen von beiden Strukturen überlagern.

Die bisher durchgeführten Arbeiten belegen die Realisierbarkeit der Herstellung eines Lateralnormals für SFMs. Das Spalten und der Ätzprozess von GaAs/AlAs-Systemen sind an Testsystemen erprobt. Sowohl die Röntgen- als auch die Neutronenreflektometrie sind erfolgreich durchgeführt. Die Messungen zur Neutronenreflektometrie erfolgen u. a. am Forschungsreaktor in Geesthacht. Zur Zeit wird der

Topografiekontrast des Normalprototyps präpariert und das Schichtsystem mikroskopisch mit dem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) hinsichtlich Schichtdicke und Grenzflächenstruktur untersucht.

## 4.4 Messunsicherheiten der Röntgenreflektometrie

Die Bestimmung der Messunsicherheiten bei der Schichtdickenmessung mit der Röntgenreflektometrie ist i. a. durch eine klassische Fehlerrechnung nicht möglich, da die Auswertung auf der Simulation von Modellsystemen beruht. Allein für den Fall einer einzelnen Schicht existiert eine analytische Lösung. Weiterhin ist eine genaue Definition der Schicht erforderlich, anhand derer die exakten Messpunkte festgelegt werden. Bei ultradünnen Schichten nimmt die Dicke der Übergangsschichten einen nennenswerten Anteil der gesamten Schicht ein. Für Schichten mit  $d < 10$  nm ist bereits mehr als 50 % der Gesamtdicke Übergangsschicht. In Abb. 4.10 sind die Verhältnisse für die Schichtdickenbestimmung mit XRR schematisch dargestellt.

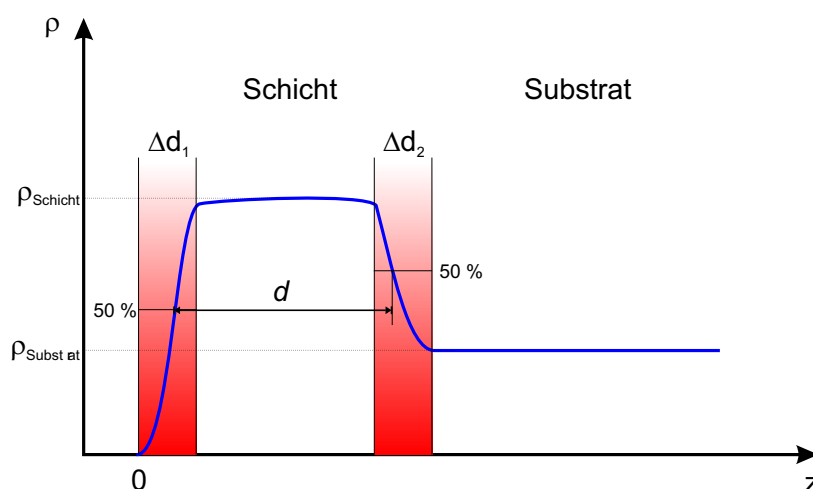


Abbildung 4.10: Definition der Dicke einer ultradünnen Schicht für die XRR. Dargestellt ist die Dichteverlauf  $\rho(z)$  des Ein-Schicht-Systems über der Tiefe  $z$ . In den Übergangsbereichen  $\Delta d_1$  und  $\Delta d_2$  (rot unterlegt) steigt die Dichte vom Vakuumwert Null auf den Wert für den ungestörten Festkörper ( $\rho_{\text{Schicht}}$ ) bzw. verringert sich auf den Wert des Substrats ( $\rho_{\text{Substrat}}$ ). Eine mögliche Definition der Schichtdicke  $d$  ist in der Skizze eingezeichnet: Jeweils die Punkte in den Übergangsschichten, bei denen die Dichte 50 % des Sprungs erreicht, werden als Messpunkte genutzt.

Im gezeigten Beispiel ist die Schicht deutlich dicker als die beiden Übergangsschichten  $\Delta d_1$  und  $\Delta d_2$ , so dass sich die Dichte ( $\rho_{\text{Schicht}}$ ) des ungestörten Festkörpers

einstellt.

Bei der XRR werden für die Auswertung diese Übergangsschichten  $\Delta d$  durch stetige Verläufe im Dichteprofil mit endlicher Breite modelliert und u. a. durch die Grenzflächenrauheit  $\sigma$  beschrieben, d. h. es gilt  $\Delta d = f(\sigma)$ .

Eine Definition der Schichtdicke für die XRR, die die oben erwähnten Punkte berücksichtigt, ist bisher nicht verfügbar. Eine mögliche Definition ist in der Abbildung angedeutet. An den Übergangsschichten bildet sich ein endlicher Sprung in der Dichte ( $\Delta\rho = |\rho_{\text{Schicht}} - \rho_{\text{Substrat}}|$ ) aus. Der zugehörige Messpunkt für die Schichtdicke ist dann der Ort, für den sich die Dichte  $\frac{1}{2}\Delta\rho$  einstellt.

Die in dieser Arbeit angegebenen Unsicherheiten basieren auf einer einfachen Abschätzung durch die Verstimmung des relevanten Eingangsparameters Schichtdicke für das Simulationsmodell. Dabei wird der Parameter so lange variiert, bis die simulierten Reflektogramme deutlich unterscheidbare Abweichungen von der zuvor ermittelten besten Anpassung zeigen, d. h. das Reflektogramm wird mit kleineren und größeren Schichtdicken ( $d - \delta d$  bzw.  $d + \delta d$ ) simuliert. In Bezug auf die Messung bedeutet diese Vorgehensweise, dass die simulierten Datenbereiche ebenfalls die Messdaten simulieren. Die verbleibenden Parameter (Rauheiten  $\sigma$  bzw. weitere Schichtdicken  $d_i$ ) werden dabei konstant gehalten. Für die vorgestellten Platinnormale heißt dies zum Beispiel: Die Grenz- und Oberflächenrauheiten bleiben konstant, die Schichtdicke wird variiert. Die mit dieser Methode bestimmten Werte stellen damit im strengen Sinn nicht die Unsicherheiten der Messungen dar. Der auf diese Weise ermittelte Wert für die Unsicherheit spiegelt im Wesentlichen die Qualität des Simulationsprozesses wieder.

Die Messunsicherheiten im strengen Sinn sind z. T. bis zu einem Faktor vier größer als die hier angegebenen Werte. Der genaue Faktor variiert für jede Messung und ist z. Z. nicht exakt zu benennen, da insbesondere der Einfluss der Rauheiten und ihrer Modelle im Hinblick auf die Schichtdickenmessung nur unzulänglich untersucht sind. Aus diesem Grund wird auf eine grobe Abschätzung des jeweiligen Faktors für die Messungen beim gegenwärtigen Kenntnisstand verzichtet. Die Aufstellung eines strengen Unsicherheitsbudget ist Inhalt von zukünftigen Arbeiten.

Für eine einzelne Schicht gilt für die Messunsicherheit nach Holy et al. [39]:

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{\Delta\alpha_i}{\alpha_i} \approx \frac{1}{m_{\max}}, \quad (4.3)$$

d. h. die relative Messunsicherheit ist abhängig von der maximalen Interferenzordnung  $m_{\max}$ . Die Numerierung beginnt mit dem ersten Maximum unterhalb des kri-

tischen Winkels. Ausgehend von Gl. (4.3) wird die in Abschnitt 4.2 angegebene Unsicherheit abgeschätzt, die auf der Auswertung eines einzelnen Maximums ( $m = 26$ ) basiert. Für die Schichtdicke werden insgesamt 16 Einzelmessungen herangezogen, d. h. die resultierende Gesamtunsicherheit verringert sich aufgrund der verbesserten Statistik.

### Anforderungen an einen Referenzmessplatz

Aufgrund der Eigenschaften der Röntgenreflektometrie ist eine Etablierung als Referenzmethode für die zerstörungsfreie Messung der Dicken ultradünner Schichten sinnvoll. Die Reflektometrie nutzt Interferenzen von elektromagnetischen Wellen, deren Wellenlängen kleiner sind, als die zu messenden Schichtdicken (at-wavelength)<sup>4</sup>.

Für ein Unsicherheitsbudget sind folgende Einflussgrößen relevant:

1. Winkelmessung
2. Wellenlänge der Röntgenstrahlung
3. Unsicherheit von Dispersion  $\delta$  und Absorption  $\beta$
4. Rauheit  $\sigma$  der Grenzfläche
5. Justierung des Messaufbaus.

Die Wellenlänge der Röntgenstrahlen ist durch kombinierte optische und Röntgeninterferometer (COXI) rückführbar auf das Meternormal [10].

Dominierende Anteile für die Messunsicherheit sind die unter 1. und 2. genannten Größen. Die Wellenlänge der Röntgenstrahlung, insbesondere für die eingesetzte  $K_\alpha$ -Strahlung des Kupfers, ist in der Literatur mit hoher Genauigkeit verfügbar ( $\Delta\lambda/\lambda < 10^{-5}$ )[91].<sup>5</sup>

Die zugrunde liegende Theorie ist eine Kontinuumsstheorie, die die Schichten als homogenes Medium mit konstantem, komplexen Brechungsindex  $n$  beinhaltet. Bei mikroskopischer Betrachtungsweise ergibt sich ein periodisches Potenzial, mit dem die Photonen der Röntgenstrahlung in Wechselwirkung treten. Das Potenzial ergibt

---

<sup>4</sup>Für die Ellipsometrie werden nur Teile einer vollständigen Periode der Welle genutzt, bei Messungen an Systemen mit Schichtdicken im Messbereich der XRR, d. h. unterhalb von 100 nm.

<sup>5</sup>Die verfügbare Genauigkeit wird hier „großzügig“ nach oben abgeschätzt. Bereits bei dieser groben Abschätzung sind diese Einflüsse auf die Gesamtunsicherheit vernachlässigbar. Für verschiedene Elemente liegen z. T. erheblich genauere Daten (vgl. z.B. [49] zur Kalibrierung der Energieskala für Röntgenstrahlung vor.

sich aus den Elektronenwolken der Atome, d. h. der Aufbau ist ähnlich dem Potenzial für die Beschreibung des Elektronentransports im Festkörper (Bloch-Theorem) [6] oder der Suszeptibilität  $\chi$ , die im Rahmen der dynamischen Theorie der Kristallbeugung Anwendung findet (Ewaldsche Theorie) [8].

Die Näherung für ein kontinuierliches Medium ist gerechtfertigt, wenn auf dem Ausbreitungsweg des Röntgenstrahls ausreichend viele Atome vorhanden sind. Bei einer reduzierten Anzahl der Atome muss die benutzte Theorie modifiziert werden, um die periodische Struktur der Schichten zu berücksichtigen.

Die in Abschnitt 4.1 vorgestellten Messungen zeigen Hinweise, dass bei einem Winkel  $\alpha_T$  oberhalb des kritischen Winkels ein Übergang von der Kontinuums- zur periodischen Theorie stattfindet. Oberhalb von  $\alpha_T$  steigt der Abstand  $\Delta\tilde{q}_z$  zwischen den Maxima im Vergleich zum Abstand  $\Delta q_z$  unterhalb von  $\alpha_T$  (Periodenverschiebung). Ein vergrößerter Abstand ergibt sich durch eine verringerte Schichtdicke  $d$ .

Dieses Verhalten ist auch bei den Messungen an den Schichtdickennormalen durch andere Gruppen zu beobachten. Der eindeutige Nachweis für einen Übergang ist bisher nicht erbracht. Die Beobachtung der Periodenverschiebung bei Messungen durch andere Gruppen verringert allerdings die Wahrscheinlichkeit, dass diesem Phänomen nur ein experimenteller bzw. systematischer Fehler zugrunde liegt.

Eine Untersuchung und Ermittlung der Ursache für die Periodenverschiebung ist im Rahmen der Etablierung der Röntgenreflektometrie als Referenzmethode zu erbringen.



# Kapitel 5

## Diffuse Röntgenstreuung

Die Struktur der Grenzflächenrauheit wird durch die Messung der diffus gestreuten Anteile einer Analyse zugänglich. Im Rahmen der Streutheorie bedeutet die Messung des diffusen Anteils, dass zusätzlich zum senkrechten Impulsübertrag  $q_z$  eine laterale Komponente  $q_x$  des Streuvektors  $q$  gemessen wird. Diese liegt innerhalb der Grenzfläche und erlaubt so die Analyse der Rauheitskorrelation und lateraler Symmetrien der Grenzfläche.

Ein Überblick über die zugrunde liegende Streutheorie und die statistischen Eigenschaften von Rauheiten wird in Kap. 2 gegeben. In diesem Kapitel werden experimentelle Untersuchungen an einigen exemplarischen Systemen vorgestellt, die zeigen, dass die Messung zur diffusen Röntgenstreuung an einem Messaufbau im Labormaßstab möglich ist. Dies wird am Beispiel eines hochreflektiven Mo/Si-Spiegels für den extremen UV-Bereich demonstriert. Im zweiten Teil des Kapitels werden Messungen an GaAs/AlAs-Vielschichtsystemen und die zugehörigen Streubilder vorgestellt. Eine Diskussion der diffusen Röntgenstreuung im Hinblick auf die Anwendung in der Metrologie beschliessen dieses Kapitel.

### 5.1 Hochreflektive Vielschichtsysteme

Hochreflektive Vielschichtsysteme werden häufig zum Aufbau von Röntgenoptiken genutzt. Dabei werden Elemente mit hohen (Elektronen-)Dichten wie z. B. Molybdän oder Wolfram in Verbindung mit leichten Elementen (Silicium, Kohlenstoff) zu Vielschichtsystemen kombiniert, die einen sehr hohen Reflexionsgrad besitzen. Populäres Beispiel sind die konzentrischen Hohlspiegel für die Rosat-Mission zur Erforschung interstellarer Röntgenquellen [84] oder die Göbelspiegel für Laborröntgenquellen (s. Kap. 3).

Für die Entwicklung einer neuen Lithografiertechnik der übernächsten Generation werden zur Zeit weltweit umfangreiche Forschungen zur Bereitstellung von Strahlquellen und Optiken für Stepper<sup>1</sup> unternommen. Diese neue EUV-Lithografie wird bei einer Wellenlänge von  $\lambda = 13,8$  nm betrieben, so dass für die Optiken reflektive Systeme zum Einsatz kommen. In Abb. 5.1 ist die Space Map eines Testspiegels gezeigt.

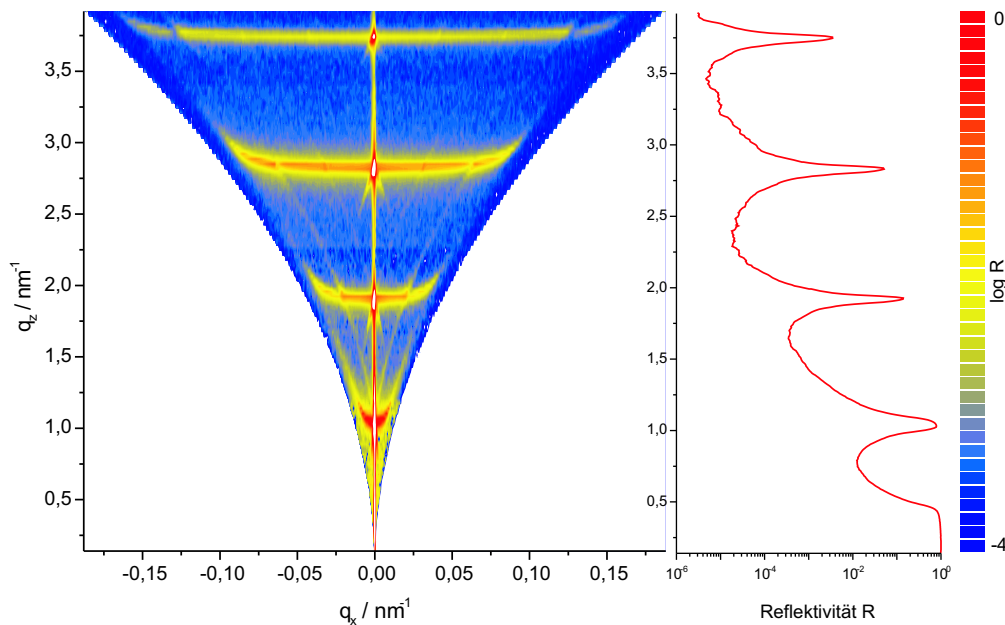


Abbildung 5.1: Space Map eines Mo/Si-Multilayersystems, die u. a. als Spiegel für weiche Röntgenstrahlung (EUV) eingesetzt werden. Aufgrund der hohen Reflektivität dieser Systeme wird ein großer Bereich der reziproken Ebene vermessen. Das Reflektogramm dieses Spiegels ist für den in der Space Map dargestellten Bereich gesondert aufgetragen. Der dynamische Bereich der Space Map ist gegenüber dem Reflektogramm um zwei Größenordnungen verringert, um die Interferenzmuster der diffus gestreuten Strahlung deutlicher hervorzuheben. Neben den bannanenförmigen Interferenzmaxima, die aus der kohärenten Streuung an den Grenzflächen resultieren, sind zwischen diesen dünne Linien parallel zu den Rändern der Space Map zu erkennen. Diese resultieren aus Mehrfachstreuungsprozessen an den Grenzflächen und treten nur bei Systemen mit äußerst geringen Rauheiten zu Tage.

Es handelt sich um ein Mo/Si-Vielschichtsystem mit  $N = 60$  Doppelschichten. Das Reflektogramm ist in der Abbildung gesondert dargestellt (rechts). Der Reflexionsgrad fällt für dieses System nur langsam ab (zu beachten sind dabei hauptsächlich die Intensitäten der Maxima), so dass der dynamische Bereich in der Darstellung nur

<sup>1</sup>Das sind im Wesentlichen Belichtungsgeräte für die Fertigung von Mikrostrukturen.

sechs Größenordnungen umfasst. Das gesamte gemessene Reflektogramm hat einen um den Faktor 100 größeren Dynamikbereich, der zugehörige Messbereich in  $2\theta$  ist:  $0,2 \leq 2\theta \leq 10,0^\circ$ . Für die Abbildung wird ein Ausschnitt gewählt, die  $q_z$ -Werte sind damit direkt mit den entsprechenden Koordinaten der Space Map vergleichbar. Die Reflektivität  $R$  in der Space Map ist farbcodiert über den  $(q_x, q_z)$ -Koordinaten in der reziproken Ebene aufgetragen. Die Skalierung ist logarithmisch (siehe Farbkeil). Der dargestellte Dynamikbereich ist in der Space Map gegenüber dem Reflektogramm um zwei Zehnerpotenzen herabgesetzt, um die Struktur der diffus gestreuten Anteile deutlicher hervorzuheben. Einige Bereiche entlang der spekulären Reflexion sind daher in der Space Map nicht dargestellt (weiße Bereiche), der Reflexionsgrad übersteigt hier den Darstellungsbereich.

Die diffus gestreute Intensität ist bei diesem System auf einige scharf begrenzte Bereiche konzentriert. Diese Maxima dehnen sich in  $q_x$ -Richtung aus, sind in  $q_z$ -Richtung scharf begrenzt. Sie entstehen durch resonante Streuung im diffusen Bereich, bei der es durch konstruktive Interferenz zu erhöhten Intensitäten kommt. Das Aufbiegen der Maxima an den Rändern der Space Map ist durch die Refraktion der einfallenden und ausfallenden Strahlung an den Grenzflächen des Systems begründet<sup>2</sup>.

Zwischen den Maxima ist die gestreute Intensität äußerst gering. Im gezeigten Fall ist sie vergleichbar mit dem Nulleffekt des Detektors, der bei  $N_0 = 0,3 \text{ s}^{-1}$  liegt. Die hier beobachtete granulare Struktur resultiert aus der schlechten Messstatistik des Detektors in diesem Bereich. Auf die Verlängerung der Messzeit zur Verbesserung der Statistik wird verzichtet, da in dieser Region der Space Map keine wesentlichen Informationen enthalten sind und die Gesamtmesszeit bereits einige Wochen beträgt.

Die Yoneda-Wings treten nur andeutungsweise für  $q_z < 1,75 \text{ nm}^{-1}$  hervor, da ihre Intensität deutlich geringer ist, als die kohärent gestreute Röntgenstrahlung in den Maxima. Bei den Yoneda-Wings handelt es sich um einen dynamischen Effekt, der bei Einfallswinkel- und Ausfallswinkel  $\alpha_i, \alpha_f = \alpha_{\text{krit.}}$  ( $\alpha_{\text{krit.}}$ : kritischer Winkel der Reflexion) zu einem Intensitätsmaximum führt [99], der unabhängig von der Rauheit der Grenzfläche ist.

In den Bereichen zwischen den Maxima sind parabelförmige Nebenmaxima zu erkennen, die parallel zu den rechten bzw. linken Messbereichsgrenzen für  $\alpha_i = 0^\circ$  bzw.  $\alpha_f = 0^\circ$  verlaufen. Diese Linien sind besonders ausgeprägt im Bereich zwischen zweitem ( $q_z \approx 2,0 \text{ nm}^{-1}$ ) und drittem Maximum ( $q_z \approx 2,75 \text{ nm}^{-1}$ ). Sie resultieren aus dynamischen Effekten (Mehrfachstreuungsprozessen) an den Grenzflächen vor und nach dem Streuprozess. Erst wenn die Grenzflächenrauheit  $\sigma$  sehr gering ist, sind

---

<sup>2</sup>Aufgrund ihrer Form werden diese Maxima auch als „Holy-Banana“ bezeichnet.

diese Linien zu beobachten, da die Rauheit zu einer Zunahme des diffus gestreuten Anteils über der gesamten reziproken Ebene führt.

In Abb. 5.2 ist der simulierte diffuse Streuquerschnitt für eine Mo/Si-Vielschichtsystem gezeigt. Dieses Streubild wird mit einem im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Simulationsprogramm berechnet. Das Programm nutzt die in Kapitel 2 beschriebene DWBA in einer approximierten Version.

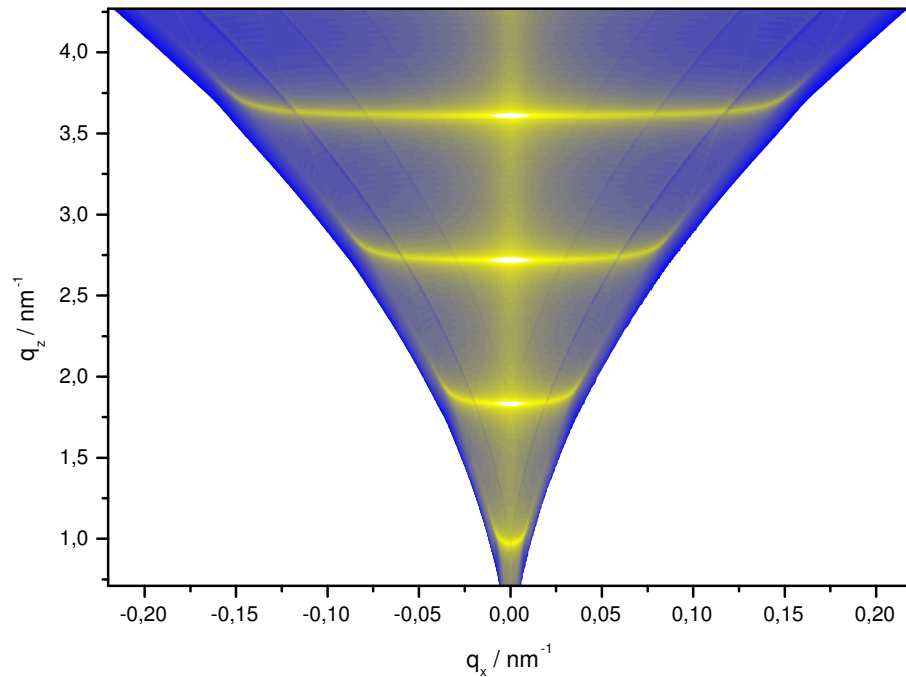


Abbildung 5.2: Simulation der diffusen Streuung an einem EUV-Spiegel. Dargestellt ist der diffus gestreute Anteil. Die aus der spekulären Reflexion resultierenden Beiträge sind nicht dargestellt. Das Streubild wird mit der approximierten Version der DWBA berechnet. Die Simulationsparameter sind:  $\sigma = 0,2$  nm,  $\xi_{\parallel} = 200$  nm,  $\xi_{\perp} = 100$  nm und  $h = 0,4$ . Effekte durch Mehrfachstreuung, wie bei dieser Messung beobachtet, werden durch die approximierte DWBA nicht berücksichtigt.

Dargestellt ist ausschließlich der diffuse Streuquerschnitt. Die Schichtdicken des Systems werden durch Simulation des Reflektogramms und Anpassung an die Messung ermittelt. Es ergeben sich für die Schichten:  $d_{\text{Mo}} = 1,0$  nm und  $d_{\text{Si}} = 6,0$  nm. Für die DWBA werden folgende Parameter benutzt: Rauheit  $\sigma = 0,2$  nm, laterale Kor-

relation  $\xi_{\parallel} = 200$  nm, vertikale Korrelation  $\xi_{\perp} = 100$  nm und Hurst-Koeffizient  $h = 0,4$ . Diese Parameter werden für alle Grenzflächen des Systems identisch angenommen, wie es für eine vollständige Replikation der Grenzflächenstrukturen gilt. Diese Annahme erscheint bei den vorliegenden Schichtdicken sinnvoll, da sich bei dünnen Schichten die Strukturen durch die Schichten vollständig reproduzieren.

Die äußerst geringe Grenzflächenrauheit wird durch die zuvor beschriebene Messung und die darin sichtbaren dynamischen Effekte belegt. Der aus der Auswertung der Reflektometrie erhaltene Wert für die Rauheit ist ebenfalls konform mit diesem Wert.

Der Vergleich der gemessenen Space Map mit den simulierten Daten zeigt eine gute Übereinstimmung. Die Interferenzmaxima sind in  $q_z$ -Richtung sehr scharf begrenzt, die refraktionsbedingte Aufwärtskrümmung ist ebenfalls enthalten. Die aus den Mehrfachreflexionen resultierenden parabelförmigen Linien durch die Space Map werden durch die Simulation ebenfalls wiedergegeben. Dies belegt, dass es sich bei den dynamischen Effekten um die in Kapitel 2 beschriebenen Prozesse handelt (vgl. Abb. 2.10). Effekte höherer Ordnung kommen nicht zum Tragen. Die durch die Prozesse hervorgerufenen Unstetigkeiten im Intensitätsverlauf der Maxima sind jeweils in der Simulation und im Experiment enthalten.

Diese Synchronität von Messung und Simulation zeigt:

1. Die diffuse Röntgenstreuung ist an dem beschriebenen Labormessplatz durchführbar, die erreichte Auflösung des Aufbaus ist ausreichend hoch, um die Strukturen der Streubilder in der reziproken Ebene zu vermessen.
2. Die beschriebenen Theorien sind geeignet, um die aufgenommenen Streubilder qualitativ und quantitativ zu beschreiben.

Mit Hilfe von Simulationsmodellen werden statistische Parameter von Grenzflächen zugänglich, die mit alternativen Techniken (z. B. Kraftmikroskopie) nur schwer oder nicht erreichbar sind. Insbesondere die zerstörungs- und kontaktfreie Durchführung der Untersuchungen sind hervorzuheben.

## 5.2 GaAs/AlAs-Vielschichtsysteme

Den III/V-Halbleitern kommt sowohl in der Grundlagenforschung als auch in der Mikroelektronik eine große Bedeutung zu. Als optoelektronische Komponenten sind bei ihnen sowohl die elektronischen, als auch die optischen Transportvorgänge zu untersuchen und zu optimieren.

Ein optoelektronisches Bauelement ist aus einer Vielzahl ultradünner Schichten aus  $\text{Ga}_x\text{Al}_{1-x}\text{As}$  aufgebaut ( $x = 0 \dots 1$ ). Die Beschaffenheit der Grenzfläche fließt dabei mit abnehmender Schichtdicke zunehmend in die Betrachtungen ein [34].

Der Zugang zu topografischen Parametern der Grenzfläche mit der diffusen Röntgenstreuung wird anhand einfach strukturierter GaAs/AlAs-Vielschichtsysteme untersucht. Diese haben aufgrund des geringen Dichtekontrasts zwischen GaAs ( $\rho = 5,316 \text{ g cm}^{-3}$ ) und AlAs ( $\rho = 3,81 \text{ g cm}^{-3}$ ) eine geringe Streuintensität und stellen damit gleichzeitig einen Testfall für die Grenzen der diffusen Streuung dar.

### Probenaufbau

Die Proben werden durch die Arbeitsgruppe von Stolz (Wissenschaftliches Zentrum für Materialwissenschaften, Phillips Universität Marburg) zur Verfügung gestellt. Ihr Aufbau ist in Abb. 5.3 gezeigt.

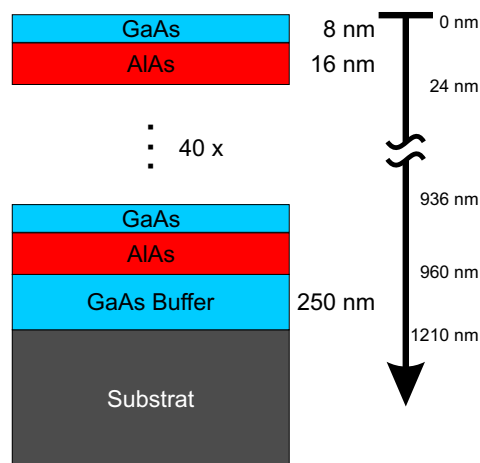


Abbildung 5.3: Aufbau der untersuchten GaAs/AlAs-Vielschichtsysteme. Substrate sind 2-Zoll-GaAs-Wafer mit (100)-Oberfläche. Es werden Wafer mit exakter Orientierung und mit Mismatch von  $2^\circ$  in [110]-Richtung genutzt. Die Schichten ( $N = 40$ ) haben nominelle Dicken von 8 nm (GaAs) und 16 nm (AlAs). Wachstumsunterbrechung: 2 min.

Die Systeme werden in einem MOVPE-Prozess gewachsen. Die Substrate sind 2"-

Wafer aus GaAs mit (100)-Oberfläche. Es werden zwei verschiedene Wafer benutzt: Ein Wafer ist exakt orientiert, der zweite besitzt einen Fehlwinkel (Miscut) von  $\delta = 2^\circ$  in [110]-Richtung, d. h. zwischen der (100)-Netzebene und der Schnittebene ist ein Winkel von zwei Grad. Dieser Fehlwinkel hat eine Rekonstruktion der sich ausbildenden Oberfläche zur Folge, die weiter unten erläutert wird.

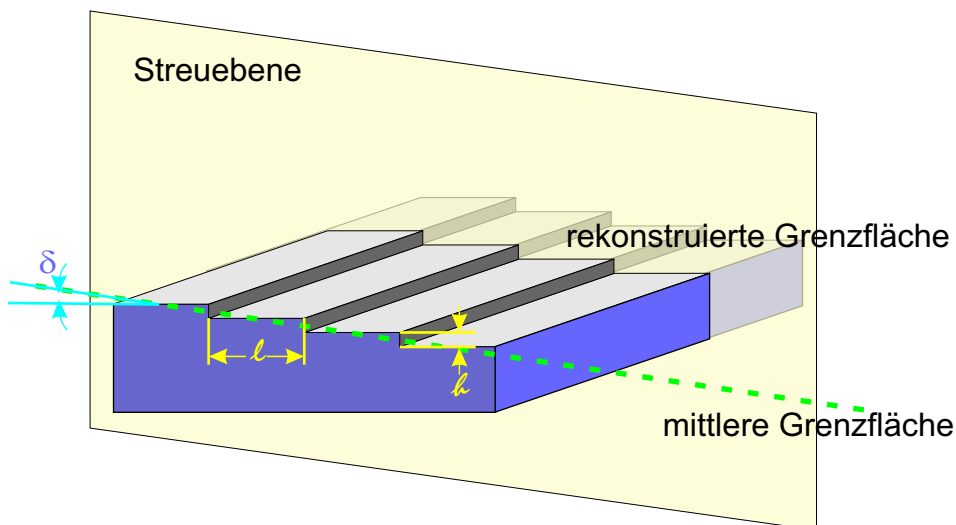


Abbildung 5.4: Skizze der rekonstruierten Grenzfläche eines Wafers mit Miscut, bei dem die Oberfläche mit der Netzebene einen kleinen Winkel ( $\delta$ ) einschließt (häufig beträgt der Miscut  $2^\circ$ ). Zur Minimierung der Oberflächenenergie bilden sich Stufen aus, die parallel zur Netzebene sind. In der Regel ist die Stufenhöhe  $h$  gleich dem Netzebenenabstand. Damit ergibt sich ein einfacher Zusammenhang zwischen  $\delta$  und der Stufenlänge  $l$ . Zusätzlich ist die Streuebene der diffusen Röntgenstreuung eingezeichnet.

Zwischen dem Wachsen der einzelnen Schichten wird der Wachstumsprozess für zwei Minuten unterbrochen, bevor die Oberfläche mit der nächsten Schicht überwachsen wird. Während der Wachstumsunterbrechung kommt es durch Diffusion der Atome auf der Grenzfläche zu Umordnungsprozessen, die die mesoskopische Struktur der Grenzfläche beeinflussen ([65] und [14]).

Die nominellen Schichtdicken für das GaAs/AlAs-Schichtsystem sind 8 nm (GaAs) und 16 nm (AlAs). Die Auswertung der Reflektometrie ergibt Schichtdicken von 7,5(6) nm und 17,0(6) nm.

### Diffuse Streubilder der Proben

Das diffuse Streubild des Systems mit zwei Grad Fehlwinkel ist in Abb. 5.5 dargestellt. In diesem Drahtgittermodell ist die relative, gestreute Intensität  $R$ , d. h. die

Reflektivität, über den  $q_x$ - und  $q_z$ -Komponenten des Streuvektors aufgetragen.

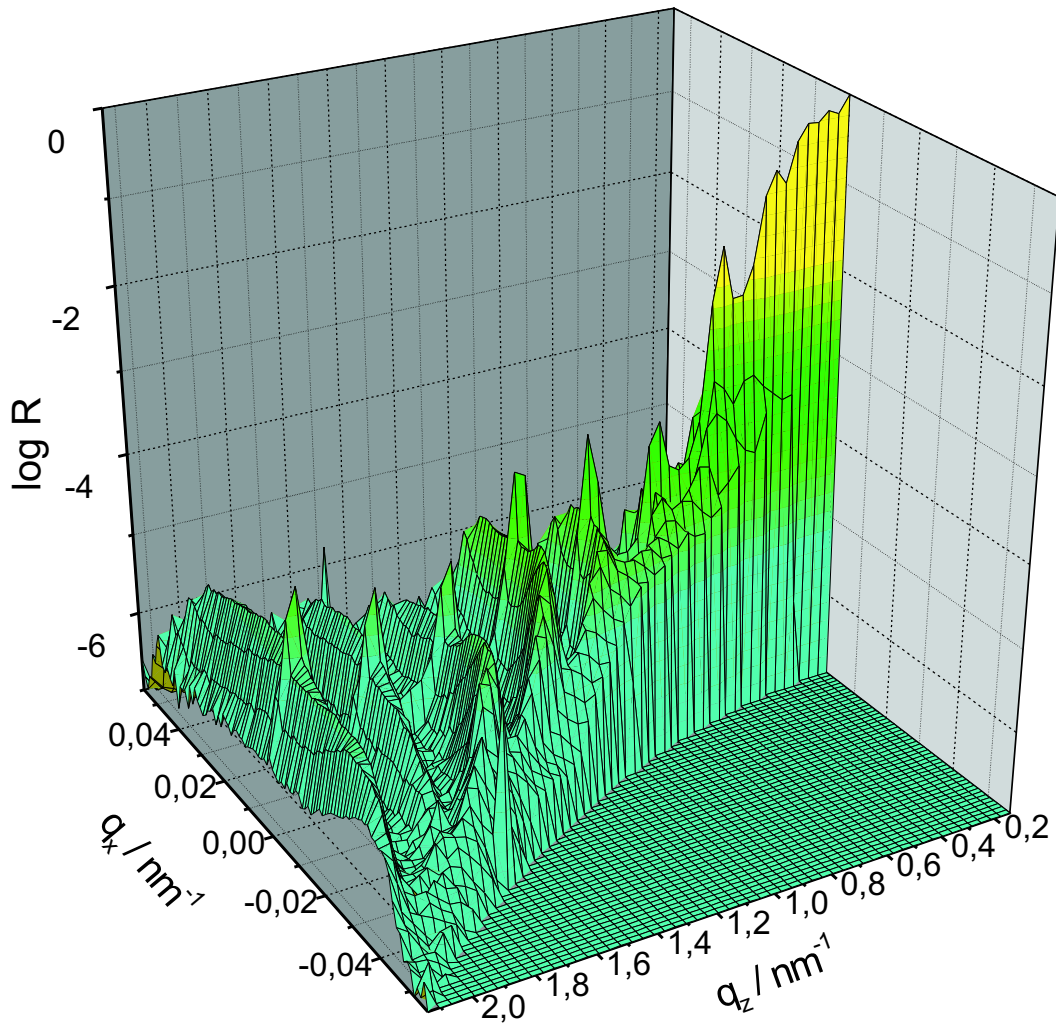


Abbildung 5.5: Gestreute Intensität an einem GaAs/AlAs-Vielschichtsystem ( $N=40$  Schichten). Das verwendete Substrat (GaAs) hat einen Fehlwinkel von  $2^\circ$  in  $[110]$ -Richtung. Die Anzahl der dargestellten Messpunkte ist aus Gründen der Übersichtlichkeit reduziert. Die Darstellung zeigt, dass die Space Map in den spekulär und den diffus gestreuten Anteil zerfällt. Das zusätzlich enthaltene Reflektogramm entlang der  $q_z$ -Achse für  $q_x = 0 \text{ nm}^{-1}$  ist aufgrund der gegenüber einer gesonderten Messung reduzierten Anzahl an Messpunkten nicht voll ausgeprägt.

Für diese Abbildung wird eine Serie von Rock Scans durchgeführt. Der Detektorwinkel  $2\theta$  ( $2\theta = \alpha_i + \alpha_f$ ) wird zwischen  $2\theta = 0,2^\circ$  und  $2\theta = 2,5^\circ$  mit einer Schrittweite von  $\Delta\theta = 0,05^\circ$  variiert. Im reziproken Raum ist der zugehörige Bereich:  $0,12 \leq q_z \leq 1,78 \text{ nm}^{-1}$ . Bei jedem Rock Scan wird der Einfallswinkel  $\alpha_i$  mit einer Schrittweite von  $\Delta\alpha_i = 0,01^\circ$  zwischen  $\alpha_i = 0,0 \dots 2\theta$  geändert. Daraus resul-



tiert ein maximaler Impulsübertrag  $q_x$  in der Grenzfläche mit:  $q_x = \pm 0,0388 \text{ nm}^{-1}$ . Die gemessene Intensität wird normiert auf die maximal gestreute Intensität  $I_{\text{max}}$ , die unterhalb des kritischen Winkels im spekulär reflektierten Anteil ( $\alpha_i = \alpha_f$ ) gemessen wird.

### Aufbau der diffusen Streubilder

Die beiden Anteile des totalen Streuquerschnitts aus der spekulären Reflexion und der diffusen Streuung (vgl. Gl. (2.46)), sind in der dreidimensionalen Darstellung als additive Komponenten zu erkennen. Weiterhin ist das bei einem Reflektogramm gemessene Profil entlang der Ordinate für  $q_x = 0 \text{ nm}^{-1}$  zu identifizieren. Damit wird die für die Schichtdickenmessung mit Reflektometrie notwendige Justierung der Probe offensichtlich. Bei einer Abweichung von der Bedingung für die spekuläre Reflexion, d. h. es gilt  $\alpha_i = \alpha_f + \delta$  ( $\delta$ : Winkelabweichung in Folge einer Fehljustierung), verläuft die Messung des Reflektogramms nicht auf dem „Grat des Gebirges“. Die „neben dem Grat“ verlaufende Messung führt zu einer Verschiebung der Maxima im Reflektogramm, die in der nachfolgenden Auswertung zu einer falschen Schichtdicke führt.

Für die Analyse der diffus gestreuten Intensität wird eine zweidimensionale Darstellung gewählt (vgl. Abb. 5.6). Die Reflektivität  $R$  wird farbcodiert über den Koordinaten ( $q_x, q_z$ ) der reziproken Ebene aufgetragen. Die Skala der Reflektivität ist logarithmisch unterteilt und überstreicht von Rot ( $R = 1$ ) über Gelb ( $R = 10^{-3}$ ) bis Blau ( $R = 10^{-6}$ ) einen dynamischen Bereich von sechs Größenordnungen. Einige Bereiche besonders hoher Reflektivität sind in dieser Abbildung ausgeschnitten (weiße Bereiche entlang der Ordinate bei  $q_x = 0 \text{ nm}^{-1}$ ), um die Details des diffusen Anteils hervorzuheben. In Abb. 5.6 ist der gemessene Bereich gegenüber der vorherigen Abbildung vergrößert auf:  $q_x = \pm 0,056 \text{ nm}^{-1}$  und  $q_z = 0,14 \dots 2,14 \text{ nm}^{-1}$ .

Die Rauheit der Grenzfläche führt zu einem unstrukturierten Untergrund über den gesamten Bereich der Space Map, dessen Intensität exponentiell mit zunehmendem  $q_z$  abnimmt. Die Korrelation der Rauheit innerhalb der Grenzfläche (laterale Korrelation  $\xi_{\parallel}$ ) führt zu konstruktiver Interferenz der diffus gestreuten Anteile, die sich in Richtung der  $q_x$ -Achse als bananenförmige Maxima („Holy-Banana“) ausdehnen. In der Abbildung sind dies die gelben Bereiche, die sich entlang der Ordinate wiederholen. Die Krümmung dieser Maxima resultiert aus der Refraktion der einfallenden bzw. gestreuten Teilstrahlen an den Grenzflächen des Vielschichtsystems.

Die topografische Struktur einer Grenzfläche repliziert sich bei nanoskaligen Systemen durch die einzelnen Schichten von den unteren Grenzflächen während des Wachstumsprozesses. Diese vertikale Korrelation ( $\xi_{\perp}$ ) ist im Wesentlichen durch die

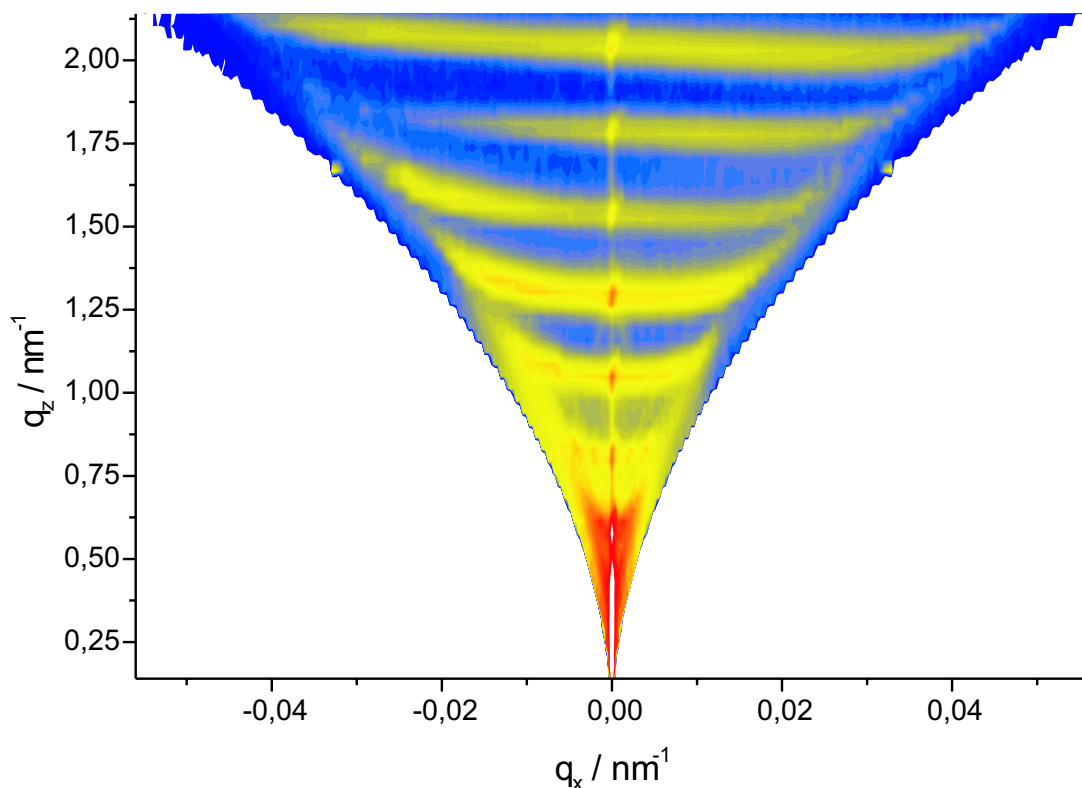


Abbildung 5.6: Farbcodierte Darstellung des in Abb. 5.5 gezeigten Streubildes (Space Map). Hohe Reflektivität  $R$  ist rot dargestellt, mittler gelb und niedrige blau. Die bananenförmigen Intensitätsmaxima ergeben sich durch kohärente Überlagerung der diffus gestreuten Strahlung, d. h. durch Korrelationen der Grenzflächenrauheiten in dem Vielschichtsystem. Der dynamische Bereich der Darstellung wird auf vier Größenordnungen reduziert, um die Strukturen der diffus gestreuten Anteile hervorzuheben.

Schichtdicke bestimmt, d. h. bei einer dünnen Schicht kommt es zu einer nahezu vollständigen Replikation. Der Grad der Replikation wird zusätzlich beeinflusst durch den spezifischen Wachstumsprozess und den dabei gewählten Parametern sowie dem Material der Schicht. Die vertikale Korrelation bestimmt die Ausdehnung der diffusen Maxima in  $q_z$ -Richtung. Durch eine umfangreiche Replikation wird die Interferenz in  $q_z$ -Richtung schärfer.

Die Verkipfung der Maxima gegen die Horizontale folgt aus dem Fehlwinkel des Substrats von  $\delta = 2^\circ$ . Dieser führt zu einer Stufenbildung auf der Oberfläche des Substrats; eine schematische Darstellung ist in Abb. 5.4 gegeben. Es bilden sich Stufen mit einer Höhe  $h$  von einer Atomlage aus, da das Kristallgitter die energetisch günstigste Struktur einnimmt. Die Oberfläche ist der Mittelwert dieser Atomlagen, die Stufenlänge  $l$  ergibt sich in diesem Modell mit:

$$l = \frac{h}{\tan \delta}. \quad (5.1)$$

In dem in Kapitel 2 vorgestellten Modell für die Replikation wird ein empirisches Modell eingesetzt (vgl. Gl. (2.21)), dessen Begründung offensichtlich ist. Ein Modell für die Replikation von Grenzflächenstrukturen, dem spezifische Mechanismen des Wachstumsprozesses zugrunde liegen, ist bisher nicht entwickelt. Die zur Aufstellung eines solchen Modells notwendigen systematischen Untersuchungen zur Wachstumsdynamik stehen bisher noch aus.

### Simulierte Space Maps

Die quantitativen Einflüsse der Grenzflächenparameter auf die Struktur der diffusen Streuung wird durch die Simulation des Streuprozesses und dem Vergleich mit den gemessenen Space Maps analysiert. In Abb. 5.7 ist der diffuse Anteil der an einem GaAs/AlAs-Vielschichtsystem gestreuten Strahlung dargestellt.

Die Berechnung dieses Streubildes erfolgt mit einem im Rahmen dieser Untersuchungen entwickelten FORTRAN-Programm, das auf der in Kapitel 2 vorgestellten DWBA beruht. Für die dargestellte Space Map wird die approximierte Version der Streuformel (vgl. Gl. (2.48)) genutzt, d. h. die Exponentialfunktion im Strukturfaktor  $S_{jk}^{mn}$  wird in ihre Taylorreihe entwickelt. Die Approximation wird der exakten Version für die Simulation vorgezogen, da die notwendige Rechenzeit drastisch reduziert ist. Gleichzeitig bietet die exakte Rechnung nur wenige zusätzliche Strukturen in den Space Maps, die experimentell nicht zugänglich sind.

Die Darstellung der simulierten Space Map entspricht den in Abb. 5.6 gewählten Parametern. Der dynamische Bereich umfasst drei Größenordnungen, da ausschließlich der diffuse Anteil abgebildet wird. Simuliert wird der Bereich von  $q_x = \pm 0,039 \text{ nm}^{-1}$  und  $q_z = 0,35 \dots 1,78 \text{ nm}^{-1}$ . Der Vergleich mit den experimentell ermittelten Daten zeigt bei den gewählten Parametern eine gute Übereinstimmung. In der Simulation werden Korrelationslängen von  $\xi_{\parallel} = 150 \text{ nm}$  und  $\xi_{\perp} = 100 \text{ nm}$  gewählt. Die Rauheit wird mit  $\sigma = 0,5 \text{ nm}$  für alle Grenzflächen identisch angenommen, die aus einem gesondert aufgenommenen Reflektogramm entnommen wird. Der zugehörige Hurst-Exponent ist  $h = 0,4$ .

Die simulierten Daten zeigen die im Experiment beobachteten Interferenzmaxima mit der charakteristischen bananenförmigen Krümmung. Die Schärfe der Maxima in  $q_x$ -Richtung wird durch eine Korrelationslänge von  $\xi_{\perp} = 100 \text{ nm}$  gut approximiert. Die Maxima sind über den gesamten gemessenen  $q_x$ -Bereich ausgedehnt, wie es auch im Experiment beobachtet wird. Die zugehörige laterale Korrelationslänge

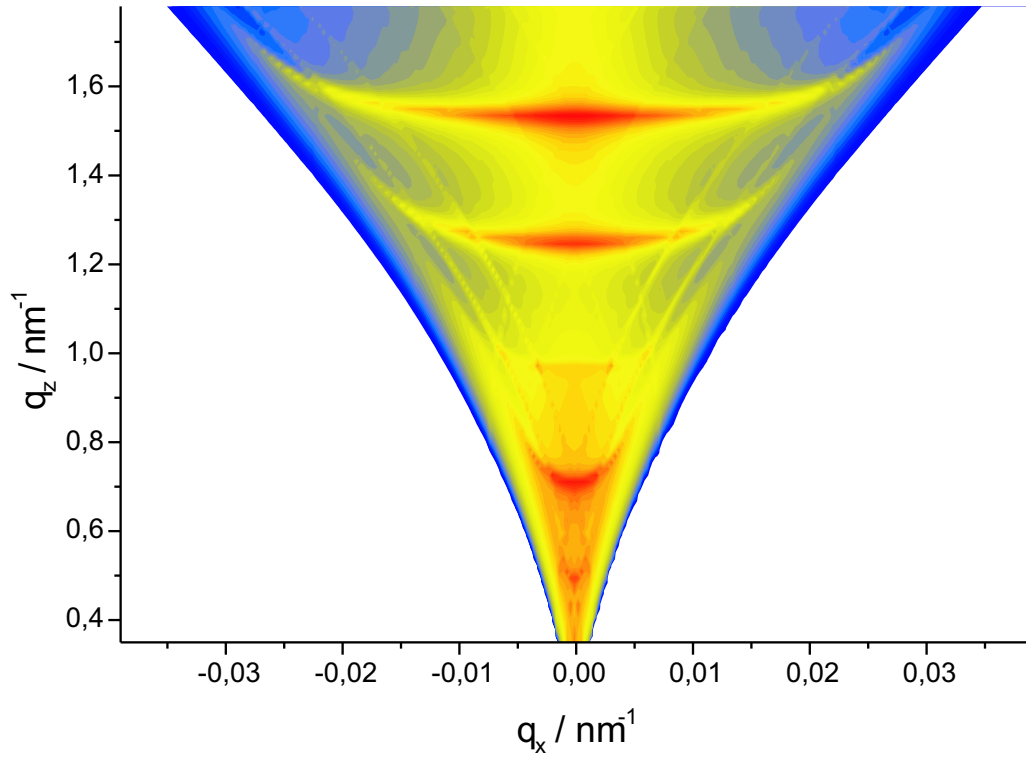


Abbildung 5.7: Simulierte Space Map eines GaAs/AlAs-Vielschichtsystems. Dargestellt ist der diffuse Streuquerschnitt mit einem Dynamikbereich von drei Größenordnungen. Die Simulation basiert auf der DWBA in einer approximierten Version. Parameter: GaAs/AlAs 6,8 nm/14,6 nm;  $N=40$ ;  $\xi_{\perp} = 100$  nm;  $\xi_{\parallel} = 150$  nm;  $\sigma = 0,5$  nm;  $h = 0,4$ .

ist  $\xi_{\parallel} = 150$  nm. Die Annahme einer identischen Rauheit für alle Grenzflächen ist konsistent mit der simulierten vertikalen Korrelationslänge, die eine nahezu vollständige Replikation der Rauheit bedeutet.

Der Einfluss der Simulationsparameter auf die Struktur der diffusen Streuung wird in Abb. 5.8 anhand der vertikalen Korrelationslänge  $\xi_{\perp}$  demonstriert. Das vollständig unkorrelierte System ( $\xi_{\perp} = 2$  nm) zeigt einen unstrukturierten, diffusen Streuuntergrund (oben). Mit zunehmender Replikation der Grenzflächenstruktur ( $\xi_{\perp} = 25$  nm) zeigen sich erste breite Interferenzmaxima (unten links), die bei  $\xi_{\perp} = 100$  nm scharf ausgeprägt sind (unten rechts).

Die simulierten Space Maps zeigen für die Maxima bei verschiedenen vertikalen Impulsüberträgen ( $q_z$ ) unterschiedliche Streuintensitäten, die zum Teil bei größeren Werten eine höhere Intensität aufweisen, als bei vorhergehenden. Diese Dynamik wird auch im Experiment beobachtet (vgl. Abb. 5.6). Die im Experiment beobachtete Verkippung der Maxima gegenüber der Horizontalen aufgrund des Fehlwinkels wird nicht simuliert.

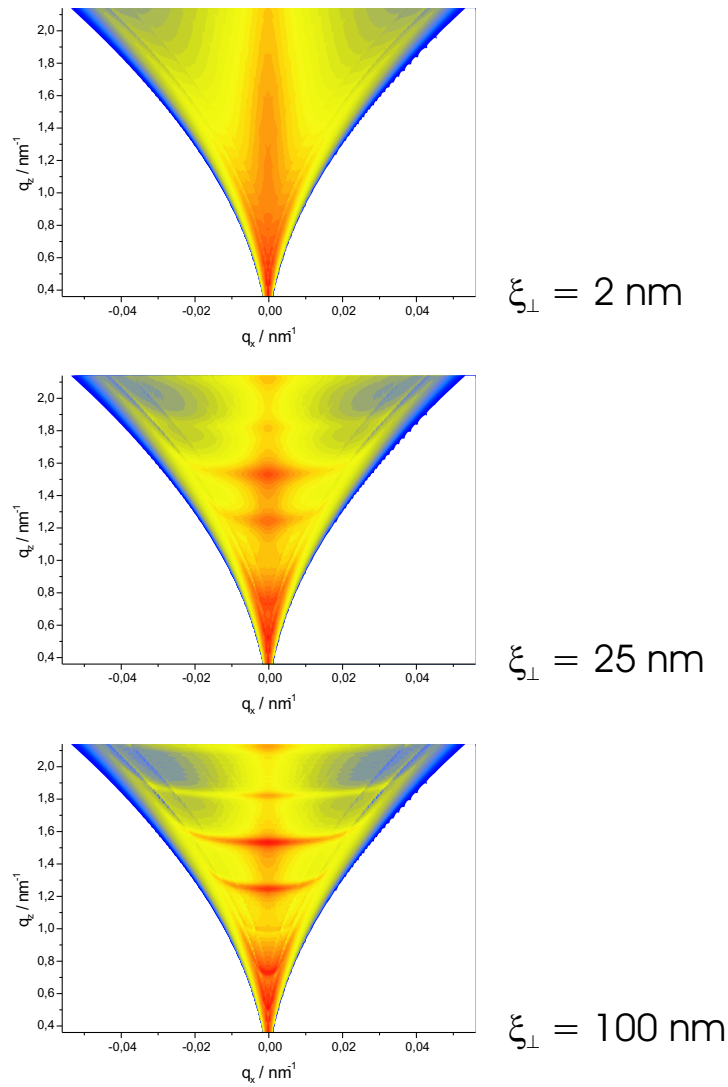


Abbildung 5.8: Einfluss der vertikalen Korrelation auf die diffuse Streuung. Dargestellt sind Simulationen des diffusen Streuquerschnitts (approximierte DWBA). Variiert wird die vertikale Korrelationslänge von  $\xi_{\perp} = 2 \text{ nm}$  (oben) über  $25 \text{ nm}$  (mitte) bis zu  $100 \text{ nm}$  (unten). Die restlichen Parameter bleiben ungeändert: GaAs/AlAs  $6,8/14,6 \text{ nm}$ ;  $N=40$ ;  $\xi_{\parallel} = 150 \text{ nm}$ ;  $\sigma = 0,5 \text{ nm}$ ;  $h = 0,5 \text{ nm}$ .

### Lateral strukturierte Grenzflächen

Laterale Grenzflächenstrukturen werden mit der diffusen Röntgenstreuung einer Untersuchung zugänglich, da zusätzlich ein Impulsübertrag  $q_x$  innerhalb der Grenzfläche stattfindet. Anhand des bereits vorgestellten zweiten GaAs/AlAs-Vielschichtsystems (Abb. 5.3) mit einem exakten Substrat, werden Messungen an einem struktu-

rierten System vorgestellt. In Abb. 5.9 ist die Space Map dieses Systems dargestellt.

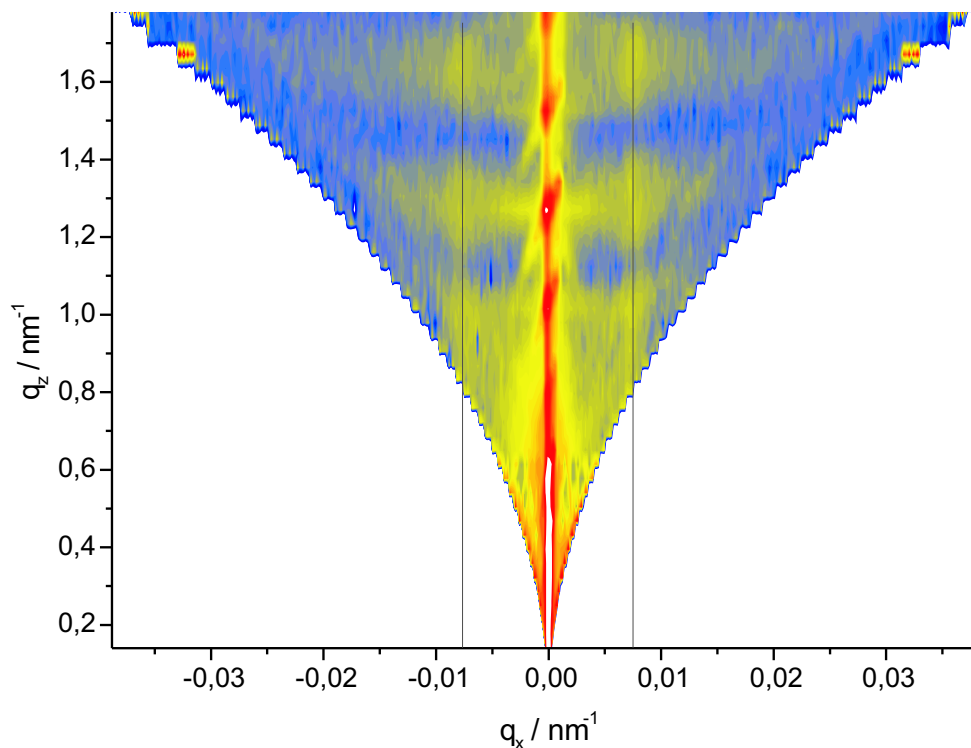


Abbildung 5.9: GaAs/AlAs-Halbleitersystem auf einem (nominell) exakten GaAs-Substrat, d. h. Grenzfläche und Netzebene sind (nominell) parallel. In der Praxis ergibt sich bei diesen Substraten eine geringe Verkipfung  $\delta$  von einigen Minuten, die zufällig in Bezug auf die [110]-Richtung orientiert ist. Die Streuebene für diese Space Map liegt in der [110]-Richtung des Substrats. Aufgrund des geringen Miscuts ergeben sich große Stufenlängen ( $l \approx 500$  nm), die zu Maxima mit konstanten  $q_x$ -Werten in den durch die Rauheit bedingten bananenförmigen Intensitätsmaxima führt (hier hervorgehoben durch Hilfslinien). Die schwache Ausprägung der Maxima resultiert aus einer geringen Rauheit bzw. Korrelation der Rauheit.

Die granulare Struktur der Abbildung resultiert aus der geringen Zählstatistik der Messung, d. h. der diffus gestreute Anteil ist gegenüber der ersten Probe (mit Fehlwinkel) deutlich geringer. Die resonanten Strukturen sind dennoch deutlich abgezeichnet. Zusätzlich finden sich in den bananenförmigen Maxima weitere runde Maxima, die in verschiedenen Beugungsordnungen den gleichen  $q_x$ -Wert haben. (Zur Verdeutlichung werden diese Maxima durch Hilfslinien markiert.)

Diese runden Maxima resultieren aus lateralen, periodischen Strukturen, die sich durch die Grenzflächen replizieren. Ursache dieser Streuung sind Stufen in den Grenzflächen, die sich aufgrund eines Fehlwinkels ausbilden. Der für die Stufenbildung verantwortliche Mechanismus ist oben beschrieben. Für das exakte Substrat ergibt sich, durch die Toleranzen bei der Herstellung des Wafers, ein kleiner Fehlwinkel in der Größenordnung eines hundertstel Grads. Die resultierende Stufenlänge ist  $L \approx 500$  nm. Für die Stufenlänge  $L$  und den lateralen Impulsübertrag  $\delta q_x$  gilt:

$$L = \frac{\delta q_x}{\langle L \rangle_{\text{av}}}. \quad (5.2)$$

Die diffuse Streuung ist ein Schnitt durch das Vielschichtsystem, d. h. aus dem gemessenen Impulsübertrag  $\delta q_x$  wird die auf die Streuebene projizierte Stufenlänge  $L^*$  gemessen. Messungen des lateralen Impulsübertrages bei verschiedenen Winkeln  $\phi$  zwischen der Streuebene und der [110]-Richtung des Wafers führen zu verschiedenen scheinbaren Stufenlängen. Die Streubilder dieser Messungen sind im Anhang wiedergegeben.

In Abb. 5.10 sind die scheinbaren Stufenlängen  $L^*$  über dem Winkel  $\phi$  aufgetragen. Zwischen der Stufenlänge  $L$ , dem Winkel  $\phi$  und der projizierten Stufenlänge  $L^*$  besteht die Beziehung:

$$L^* = \frac{L}{\cos \phi}. \quad (5.3)$$

Eine Anpassung dieser Funktion an die gemessene Stufenlänge  $L^*$  ist in der Abbildung eingezeichnet. Es ergibt sich eine Stufenlänge von  $L \approx 450$  nm, die aus einem Fehlwinkel von  $\delta \approx 0,05^\circ$  resultiert.

Messungen des Fehlwinkels mit der Orientierungsapparatur der PTB [63] ergeben für die Probe einen Fehlwinkel von  $\delta = 0,05^\circ$ . Sie zeigen die Abweichung der Lage der Netzebenen des Substrats von der optisch vermessenen mittleren Oberfläche der Probe. Aussagen über die Struktur der Grenzfläche sind nur indirekt möglich. Die Ergebnisse der diffusen Röntgenstreuung basieren dagegen auf der Beobachtung der Beugung direkt an den Grenzflächen.

Der Fehlwinkel der ersten Probe ( $\delta = 2^\circ$ ) kann aufgrund der Reziprozität der Beugung nicht gemessen werden, da bei abnehmender Stufenlänge der zur Resonanz notwendige Impulsübertrag  $\delta q_x$  den verfügbaren Messbereich übersteigt, d. h. in Abb. 5.6 ist das Streubild unterhalb der ersten Beugungsordnung gezeigt. Bei Proben mit großen Periodenlängen werden auch höhere Beugungsordnungen registriert.

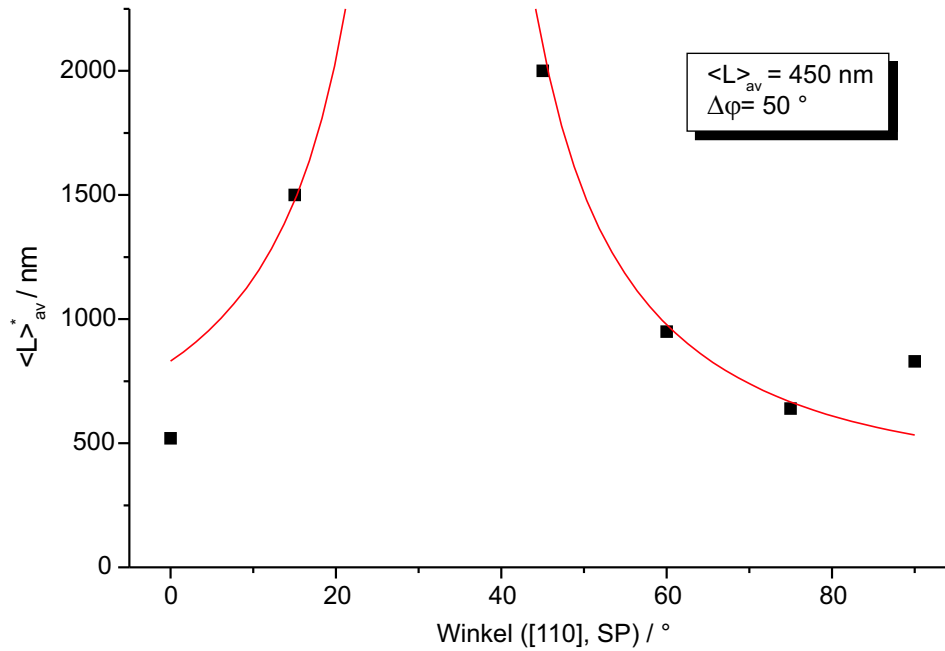


Abbildung 5.10: Die Rotation der Probe um die  $\varphi$ -Achse führt zu einer Änderung der projizierten Stufenlänge  $L$ . Die projizierte mittlere Stufenlänge  $\langle L \rangle_{av}^*$  wird über dem Winkel zwischen der Streuebene und der  $[110]$ -Richtung des Substrats aufgetragen. Die Stufenlänge wird aus einer Folge von Messungen an einer Probe mit einem kleinen Miscut  $\delta$  von einigen Minuten extrahiert. Aus der Anpassung mit einer Modellfunktion wird eine mittlere Stufenlänge  $\langle L \rangle_{av} = 450 \text{ nm}$  ermittelt. Die zugehörigen Space Maps sind im Anhang enthalten.

Die Analyse der Struktur der runden Maxima bietet zusätzlich die Möglichkeit, den Aufbau der Stufenkanten zu untersuchen. Im vorliegenden Fall liegt der Fehlwinkel nicht in der Vorzugsrichtung des Kristalls, weshalb es nicht zu einer scharf ausgebildeten Stufenkante kommt. Die Wachstumsgeschwindigkeit in Kristallen ist anisotrop, d. h. das Kristallwachstum erfolgt in die unterschiedlichen kristallografischen Richtungen mit verschiedenen Geschwindigkeiten. Die Richtung mit der höchsten Wachstumsgeschwindigkeit wird als Vorzugsrichtung bezeichnet. Die Verkipfung der Substrate bewirkt zusätzlich die Ausbildung einer Wachstumsfront, die senkrecht zur Richtung der Verkipfung ist. Untersuchungen mit Rasterkraftmikroskopen zeigen, dass die Stufen Mäander um eine mittlere Stufenkante bilden [65]. Die für eine Simulation notwendige Modellierung dieser Strukturbildung zweiter Ordnung ist bisher nicht abgeschlossen.



## 5.3 Diffuse Röntgenstreuung in der Metrologie

Die voranschreitende Miniaturisierung von Strukturen und Bauteilen verlangt nach vollständig neuen Ansätzen, um die Rauheiten und die verwandten Parameter messen zu können. Mechanisch antastende Methoden wie Tastschnittgeräte<sup>3</sup> oder SFM führen bei kleinen Dimensionen zu dem Problem, dass als Messgrösse eine Faltung aus der Form der Tastspitze und der Grenzfläche ermittelt wird. Dabei ist die Tastspitze während der Messung einer laufenden Abnutzung unterworfen, d. h. die Form der Spitze ändert sich im Verlauf des Messprozesses. Daher sind die Aussichten, eine Entfaltung erreichen zu können, nur gering.

Die Wellenlänge der Röntgenstrahlung ist unter diesem Gesichtspunkt ausreichend klein, weshalb diese „Tastspitze“ als punktförmig in Bezug auf die Objektgrösse anzusehen ist, d. h. im Rahmen einer Faltung entspricht sie einer  $\delta$ -Funktion. Damit sind Messsignal und Objektsignal bei der Röntgenstreuung äquivalent, eine Entfaltung des Messsignals entfällt daher.

Für eine metrologische Anwendung müssen den Messwerten jeweils Unsicherheiten zugeordnet werden. Wie dies bei einer auf Simulationsmodellen basierenden Auswertung zu realisieren ist, muss durch weitere systematische Untersuchungen geklärt werden. Aussichtsreich erscheint, diese Untersuchungen an Strukturgrössen durchzuführen, die für Kraftmikroskope im oben beschriebenen Sinne zugänglich sind, um die für die Metrologie mit Röntgenstreuung notwendigen Techniken entwickeln und verifizieren zu können.

---

<sup>3</sup>Tastschnittgeräte werden in der Rauheitsmessung im Submikrometerbereich eingesetzt und haben ein den SMFs vergleichbares Funktionsprinzip.



# Kapitel 6

## Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wird die Eignung der diffusen Röntgenstreuung für die zerstörungsfreie Analyse mesoskopischer Grenzflächenstrukturen an ultradünnen Schichtsystemen untersucht. Hierbei liegt besonderes Augenmerk auf deren Einsatz für metrologische Anwendungen. Zwei Fragestellungen werden bearbeitet: 1. Die kurzfristige Bereitstellung der spekulären Reflexion für die Schichtdickenmessung unterhalb von 100 nm und die Charakterisierung von Referenzproben für diesen Einsatz. 2. Untersuchungen zum mittelfristigen Einsatz der diffusen Röntgenstreuung für die Rauheitsmessung an mesoskopischen Grenzflächen.

Die spekuläre Reflexion von Röntgenstrahlen an ultradünnen Schichten wird für Schichtdickenmessungen eingesetzt. Die durchgeführten Messungen an Referenzschichten, die im Rahmen des BMBF-Projektes Nr. 13N7704 hergestellt werden, demonstrieren den Einsatz der Röntgenreflektometrie für die Messtechnik. Es werden Platinschichten mit Dicken von  $d = 49,9$  nm und  $d = 6,92$  nm und Nickelschichten mit  $d = 49,7$  nm und  $d = 9,9$  nm vermessen. An diesen Proben werden in drei weiteren Instituten Schichtdickenmessungen durchgeführt, die eine Übereinstimmung der gemessenen Dicken mit einer maximalen Differenz der Messwerte von  $\Delta d_{\max} = 1$  nm zeigen. Die mittlere Differenz ist:  $\bar{\Delta}d = 0,2$  nm. Damit ist die sehr gute Reproduzierbarkeit dieser Messmethode gezeigt.

Erste Untersuchungen zur Messunsicherheit dieser Methode deuten zusätzlich deren hohe Genauigkeit an. Die vollständige Aufstellung des Unsicherheitsbudgets unter Berücksichtigung der entsprechenden internationalen Leitlinien (z. B. Guide to Uncertainties in Measurement, GUM) sind Gegenstand zukünftiger Untersuchungen. Die in dieser Arbeit angegebenen Unsicherheiten für die Güte der Anpassung der simulierten Reflektogramme mit  $\Delta d \leq 0,5$  nm lassen eine endgültige Unsicherheit der Messmethode von  $1,0 \leq \Delta d \leq 2,0$  nm erreichbar erscheinen.

Mit der XRR ergibt sich aufgrund der vorliegenden Messungen die führende Rolle bei Schichtdickenmessungen an ultradünnen Systemen.

Die auf der XRR basierenden Arbeiten zur Herstellung von Lateralnormalen für Rasterkraftmikroskope mit Periodenlängen von einigen zehn Nanometern werden in diesem Kontext ebenfalls vorgestellt und deren technische Realisierbarkeit mit GaAs/AlAs-Schichtsystemen gezeigt.

Im zweiten Teil der Arbeit werden Untersuchungen der Grenzflächenstruktur mit diffuser Röntgenstreuung durchgeführt. Aufgrund theoretischer Überlegungen wird die besondere Eignung für die Messung der Rauheit an mesoskopischen Systemen aufgezeigt. Für die genaue Bestimmung ist die Messung der PSD der Rauheit entscheidend, wobei eine möglichst kleine Tastspitze (hier: Wellenlänge  $\lambda$ ) und eine große abgetastete Fläche (hier: die kohärent beleuchtete Fläche) Voraussetzung ist. Zusätzlich wird die Analyse der Struktur der Grenzflächenrauheit, d. h. die Korrelationslänge  $\xi$  und die lateralen Symmetrien der Grenzfläche durch die Untersuchung der diffusen Streuung möglich.

Die Untersuchungen an den unterschiedlichen Systemen zeigen, dass die Messungen zur diffusen Röntgenstreuung an Laborquellen durchführbar sind. Damit ist die prinzipielle Einsatzmöglichkeit für die allgemeine Messpraxis gezeigt.

Die gemessenen Streubilder werden mit simulierten Space Maps verglichen. Die notwendige Software wird im Rahmen dieser Untersuchungen erstellt und steht auf Anfrage zur Verfügung. Bei Messungen an einem Mo/Si-Vielschichtsystem mit  $N = 60$  Doppelschichten treten neben den bannanenförmigen Intensitätsmaxima durch die korrelierte Grenzflächenrauheit zusätzliche dynamische Effekte aus Vielfachstreuungen im Streubild hervor. Daraus folgt eine äußerst geringe Grenzflächenrauheit für dieses System. Aus der Simulation ergeben sich eine Rauheit von  $\sigma = 0,2$  nm und Korrelationslängen von  $\xi_{\parallel} = 200$  nm (parallel) und  $\xi_{\perp} = 100$  nm (senkrecht zur Grenzfläche) für dieses System.

Die Messungen an GaAs-Systemen, die in einem MOVPE-Prozess hergestellt werden, erfolgen an zwei Systemen mit identischen Prozessparametern. Die Schichtsysteme wurden auf GaAs-Substraten mit  $2^\circ$  und  $0^\circ$  Fehlwinkel aufgewachsen. Die Messungen zeigen für das System mit Fehlwinkel die aus der Rauheitskorrelation resultierenden Interferenzstruktur. Aus der Simulation ergeben sich Rauheiten von  $\sigma = 0,5$  nm und Korrelationslängen von  $\xi_{\parallel} = 150$  nm und  $\xi_{\perp} = 100$  nm.

Das System ohne Fehlwinkel weist neben den typischen Interferenzstrukturen zusätzliche Maxima aus einer lateralen Stufenstruktur auf, die durch einen endlichen Fehlwinkel hervorgerufen werden. Mit der diffusen Röntgenstreuung werden eine

Stufenlänge  $L \approx 450$  nm und ein Fehlwinkel von  $\delta \approx 0,05^\circ$  bestimmt. Dieser Fehlwinkel wird ebenfalls aus den Messungen an der Orientierungsapparatur der PTB ermittelt. Die diffuse Röntgenstreuung bietet dabei die Möglichkeit, die Stufenlänge direkt zu messen, da die diffuse Röntgenstreuung die Grenzflächen direkt abtastet. Mit der Orientierungsapparatur kann nur indirekt auf die Stufenlänge aus dem gemessenen Fehlwinkel und weiteren Modellannahmen geschlossen werden, da hier die Kristallorientierung des Substrats mit der optisch vermessenen mittleren Oberfläche der Probe verglichen wird.

Die Einsetzbarkeit der diffusen Röntgenstreuung in der Metrologie wird durch die durchgeführten Messungen gezeigt. Damit sind gleichzeitig die Voraussetzungen für die weitere Verbreitung der diffusen Röntgenstreuung in der experimentellen Praxis gegeben.

Für die Rekonstruktion der lateralen Grenzflächenstruktur aus den Streubildern werden Messungen an elektronenlithografisch hergestellten, lateral strukturierten Systemen durchgeführt. Gleichzeitig werden die zur Simulation notwendigen Modelle entwickelt, um die Analyse der lateralen Strukturierung aus den reziproken Streubildern zu ermöglichen. Zur vollständigen Analyse wird die Probe dabei zusätzlich senkrecht zur Streuebene rotiert. Durch diese weiterführenden Arbeiten werden zusätzliche Anwendungsgebiete für die diffuse Röntgenstreuung erschlossen.



# Literaturverzeichnis

- [1] ABELÉS, F.: *Methods for Determining Optical Parameters of Thin Films*, Band II der Reihe *Progress in Optics*. North-Holland Publishing Company, 1963.
- [2] ABRAMOWITZ, M. und I.A. STEGUN: *Handbook of Mathematical Functions*. Dover Publications, Inc., New York, 1968.
- [3] ALS-NIELSEN, J.: *The Liquid Vapour Interface*. Z. Phys. B, 61:411–414, 1985.
- [4] ALS-NIELSEN, J. und D. MCMORROW: *Elements of Modern X-Ray Physics*. John Wiley & Sons, 2001.
- [5] ASADCHIKOV, V. E., A. DUPARRE, S. JAKOBS, A. Y. KARABEKOV, I. V. KOZHEVNIKOV und Y. S. KRIVONOSOV. *Appl. Optics*, 38(4):684, 1999.
- [6] ASHCROFT, N. W. und I. MERMIN: *Solid State Physics*. W. B. Saunders Company, 1976.
- [7] AUBERTINE, D.B., N. OZGUVEN, P.C. MCINTYRE und S. BRENNAN. *J. Appl. Phys.*, 94:1557, 2003.
- [8] AUTHIER, A.: *Dynamical Theory of X-Ray Diffraction*. Oxford Science Publications, 2001.
- [9] BARABASI, A.-L. und H.E. STANLEY: *Fractal Concepts in Surface Growth*. Cambridge University Press, 1995.
- [10] BASILE, G., P. BECKER, A. BERGAMIN, G. CAVAGNERO, A. FRANKS, K. JACKSON, U. KUETGENS, G. MANA, E.W. PALMER, C.J. ROBBIE, M. STEDMAN, J. STÜMPPEL, A. YACOOT und G. ZOSI. *Proc. R. Soc. Lond. A*, 456:701–729, 2000.
- [11] BAUMBACH, G. T., S. TIXIER, U. PIETSCH und V. HOLY. *Phys. Rev. B*, 51(23):16848, 1995.

- [12] BEARDEN, J.A. *Rev. Mod. Phys.*, 39:78, 1967.
- [13] BECKMANN, P. und A. SPIZZICHINO: *The Scattering of Electromagnetic Waves from Rough Surfaces*. Pergamon, New York, 1963.
- [14] BERNATZ, G., S. NAU, R. RETTIG, H. JÄNSCH und W. STOLZ. *J. Appl. Phys.*, 86:6752, 1999.
- [15] BERNATZ, L.G., S. NAU, R. RETTIG und W. STOLZ. *J. Electr. Mat.*, 29:129, 2000.
- [16] BLUNDELL, S.J. und J.A.C. BLAND. *Phys. Rev. B*, 46:3391, 1992.
- [17] BORN, M. und E. WOLF: *Principles of Optics*. Pergamon Press, 1964.
- [18] BRÜGEMANN, L., B. BLOCH, W. PRESS und M. TOLAN. *Acta Cryst. A*, 48:688–692, 1992.
- [19] BRUKER ANALYTICAL X-RAY SYSTEMS: *Assembly and Alignment of Single Göbel Mirrors for D8 with Cu Radiation and Line Focus Tubes*, 1999.
- [20] BUCHANAN, J.D.R., T.P.A. HASE, B.K. TANNER, P.J. CHEN, L. GAN, C.J. POWELL und W.F. EGELHOFF, JR. *Phys. Rev. B*, 66:104427, 2002.
- [21] CHAPMAN, S.J.: *FORTTRAN 90/95 for Scientists and Engineers*. WCB/McGraw-Hill, 1998.
- [22] CHERNOV, V.A., V.I. KONDRATIEV, N.V. KOVALENKO, S.V. MYTNICHENKO und K.V. ZOLOTAREV. *J. App. Phys.*, 92:7593, 2002.
- [23] COHEN, R. und B.N. TAYLOR. *Codata Bulletin*, 63:25, NIST, 1986.
- [24] DAILLANT, J. und A. GIBAUD: *X-Ray and Neutron Reflectivity: Principles and Applications*. Springer-Verlag, 1999.
- [25] DEBOER, D. K. G., A. J. G. LEENAERS und R. M. WOLF. *J. Phys. D*, 27:A227–A230, 1995.
- [26] DOSCH, H.: *Critical Phenomena at Surfaces and Interfaces*, Band 126 der Reihe *Springer Tracts in Modern Physics*. Springer-Verlag, 1992.
- [27] DÜRR, A.C., F. SCHREIBER, M. KELSCH, H.D. CARSTANJEN, H. DOSCH und O.H. SEECK. *J. App. Phys.*, 93:5201, 2003.
- [28] DÜRR, A.C., F. SCHREIBER, K.A. RITLEY, V. KRUPPA, J. KRUG, H. DOSCH und B. STRUTH. *Phys. Rev. Lett.*, 90:016104, 2003.



- [29] EWALD, P.P. *Ann. Phys.*, 49:1, 1916.
- [30] EWALD, P.P. *Ann. Phys.*, 49:117, 1916.
- [31] FERANCHUK, I.D., S.I. FERANCHUK, L. KOMAROV, S. SYTOVA und A. ULYANENKOV. *Phys. Rev. B*, 67:235417, 2003.
- [32] FILIES, O.: *Röntgenreflektometrie zur Analyse von Dünnschichtsystemen*. Dissertation, Westfälische Wilhelms-Universität Münster, 1997.
- [33] GHOSE, S.K. und B.N. DEV. *Phys. Rev. B*, 63:245409, 2001.
- [34] GOTTWALDT, L.: *Korrelation der optischen und der Magnetotransporteigenschaften von AlGaAs/GaAs-Heterostrukturen*. Dissertation, Phillips Universität Marburg, 2002.
- [35] GOTTWALDT, L., K. PIERZ, F.J. AHLERS, E.O. GÖBEL, S. NAU, T. TORUNSKI und W. STOLZ. *J. Appl. Phys.*, 94:2464, 2003.
- [36] HASCHE, K. ET AL.: *Schichtdickenmaßverkörperungen für den Nanometerbereich*. Abschlussbericht BMBF-Projekt Nr. 13N7704, 2003.
- [37] HENKE, B.L., E.M. GALLIKSON und J.C. DAVIS: *X-ray interactions: photoabsorption, scattering and reflection at  $E=50-30000$  eV;  $Z=1-92$* . Atomic Data and Nuclear Data Tables, 54:181–342, 1993.
- [38] HIRAIWA, A., S. SAKAI, D. ISHIKAWA und M. NAKAZAWA. *J. App. Phys.*, 91:6571, 2002.
- [39] HOLÝ, V., U. PIETSCH und T. BAUMBACH: *High-Resolution X-Ray Scattering from Thin Films and Multilayers*, Band 149 der Reihe *Springer Tracts in Modern Physics*. Springer-Verlag, 1999.
- [40] HOLY, V., C. GIANNINI, L. TAPFER, T. MARSCHNER und W. STOLZ. *Phys. Rev. B*, 55:9960, 1996.
- [41] III, R.M. OSGOOD und S.K. SINHA ET AL. *J. Appl. Phys.*, 85:4619, 1999.
- [42] JAMES, R. W.: *The Optical Principles of the Diffraction of X-Rays*. Cornell University, 1950.
- [43] KIESSIG, H. *Ann. Phys.*, 10:715, 1931.
- [44] KIESSIG, H. *Ann. Phys.*, 10:769, 1931.

- [45] KOENDERS, L. und V. WAGNER: *Characterization of GaAlAs/GaAs superstructures*. GeNF Experimental Report, GKSS.
- [46] KOHN, V. G.: *Hamburg lectures: Selected topics in the theory of coherent scattering of X-rays*. Vorlesungsmanuskript, Universität Hamburg, 1998. <http://www.xraysite.com/knowbase/kohn-hl/kohn-hl.html>.
- [47] KONDRASHKINA, E. A., A. STEPANOV, R. OPITZ, M. SCHMIEDBAUER, R. KÖHLER, R. HEY, M. WASSERMEIER und D.V. NOKIKOV. *Phys. Rev. B*, 56(16):10469, 1997.
- [48] KOSSEL, W. *Z. Phys.*, 1:119, 1920.
- [49] KRAFT, S.: *Hochauflösende Röntgenabsorptionsspektroskopie mit absoluter Energiekalibrierung zur Herstellung von Transferstandards an Synchrotronstrahlungsquellen*. Dissertation, Technische Universität Carolo-Wilhelmina, Braunschweig, 1995.
- [50] KRAUSE, B., A.C. DÜRR, K. RITLEY, F. SCHREIBER, H. DOSCH und D. SMILGIES. *Phys. Rev. B*, 66:235404, 2002.
- [51] LAUE, M. VON: *Röntgenstrahlinterferenzen*. in *Physik u. Chemie* **6**. Akad. Verlagsgesellschaft, Geest+Portig K.G., Leipzig, 1948.
- [52] LEKNER, JOHN: *Theory of Reflection*. Martinus Nijhoff Publishers, 1987.
- [53] LIFSCHITZ, E.M. und L.D. LANDAU: *Lehrbuch der Theoretischen Physik: Statistische Physik Teil I*. Verlag Harri Deutsch, 8. Auflage Auflage, 1987.
- [54] LIPPMANN, B.A. *Phys. Rev.*, 79:481, 1950.
- [55] LIPPMANN, B.A. und J. SCHWINGER. *Phys. Rev.*, 79:469, 1950.
- [56] LODHA, G. S., K. YAMASHITA, H. KUNIEDA, Y. TAWARA, J. YU, Y. NAMBA und J. M. BENNETT. *Appl. Optics*, 37(22):5239, 1998.
- [57] M. BRAUN GMBH, GARCHINGER: *Betriebsanleitung für das ASA-S System mit dem Druckzählrohr PSD-50M (für Röntgendiffraktometer der Bruker Analytical System GmbH)*, April 1994. überarb. Jan. 2000.
- [58] MACSCIENCE CO., LTD, KANAGAWA, JAPAN: *Operation Manual M18XHF-SRA*.
- [59] MANDELBROT, B.B.: *Die fraktale Geometrie der Natur*. Birkhäuser, 1991.

- [60] MARTIN, J.: *Ist Silicium zur Neudefinition des Kilogramms geeignet?* Dissertation, Universität Dortmund, 1998.
- [61] MARTIN, J.E. und A.J. HURD. *J. Appl. Cryst.*, 20:67–78, 1987.
- [62] MESSIAH, A.: *Quantenmechanik, Band 2.* de Gruyter, 1985.
- [63] MEWES, E.R., H. SIEGERT, K. LEHRKE, H.J. RADEMACHER, P. SEYFRIED und G. REIM: *Berichte über Arbeiten am Röntgen-Verschiebeinterferometer.* PTB-Bericht PTB-APh-8, 1974.
- [64] MIKULIK, PETR: *X-Ray reflectivity from planar and structured multilayers.* Dissertation, l’Université Joseph Fourier - Grenoble I, 1997.
- [65] NAU, S.: *Entwicklung und Anwendung einer neuartigen Methode zur strukturellen Untersuchung GaAs-basierter epitaktischer Heterostrukturen, Diplomarbeit, Phillips Universität Marburg, 1998.*
- [66] NEVOT, L. und P. CROCE. *Rev. Phys. App.*, 15:761–769, 1980.
- [67] NIESSENDORFER, F., U. PIETSCH, G. BRENDENSKI und H. MÖHNWALD: *The energy-dispersive reflectometer/diffractometer at BESSY-I.* Meas. Sci. Technol., 10:354–361, 1999.
- [68] PAPOULIS, A.: *Probability, Random Variables, and Stochastic Processes.* McGraw-Hill, Inc., 1965.
- [69] PARRAT, L.G. und C.F. HEMPSTEDT. *Phys. Rev.*, 94:1593, 1954.
- [70] PLESHANOV, N.K., V.M. PUSENKOV, A.F. SCHEBETOV, B.G. PESKOV, G.E. SHMELEV, E.V. SIBER und Z.N. SOROKO. *Physica B*, 198:27–32, 1994.
- [71] PRESS, W., D. BAHR, M. TOLAN, B. BURANDT, M. MÜLLER-BUSCHBAUM, V. NITZ und J. STETTNER. *Physica B*, 198:42–47, 1994.
- [72] PRUNDNIKOV, I.R., R.J. MATYI und R.D. DESLATTES. *J. Appl. Phys.*, 90:3338, 2001.
- [73] PYNN, R. *Phys. Rev. B*, 45:602, 1992.
- [74] PYNN, R. und S. BAKER. *Physica B*, 198:1–6, 1994.
- [75] PYNN, R., M. R. FITZSIMMONS, H. FRITZSCHE, J. MAJOR und M.T. REKVELDT. *Physica B*, 336:1–7, 2003.

- [76] ROBINSON, I.K. *Phys. Rev. B*, 33:3830, 1986.
- [77] SALDITT, T., T.H. METZGER, J. PEISEL und G. GOERIGK. *J. Phys. D*, 27:A236–A240, 1995.
- [78] SCHUSTER, M. und H. GÖBEL. *J. Phys. D*, 28:A270–A275, 1995.
- [79] SIEMENS AKTIENGESELLSCHAFT: *Röntgendiffraktometer D5000, Handbuch*, 1989-1995.
- [80] SIEMENS AKTIENGESELLSCHAFT: *Reflectometer Sample Stage - Instructions*, 1994.
- [81] SINHA, S. K. *Act. Phys. Pol. A*, 2:89, 1996.
- [82] SINHA, S.K., E.B. SIROTA, S. GROFF und H.B. STANLEY. *Phys. Rev. B*, 38:2297, 1988.
- [83] SINHA, S.K., M. TOLAN und A. GIBAUD. *Phys. Rev. B*, 57:2740, 1998.
- [84] SPILLER, E., D. STEARNS und M. KRUMREY. *J. Appl. Phys.*, 74:107, 1993.
- [85] STANGLMEIER, F.: *Bestimmung der dispersiven Korrektur  $f'(E)$  zum Atomformfaktor aus der Totalreflexion von Röntgenstrahlen*. Dissertation, Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, 1991.
- [86] STEPANOV, S.A., E.A. KONDRASHKINA, R. KÖHLER, D.V. NOVIKOV, G. MATERLIK und S.M. DURBIN. *Phys. Rev. B*, 57:4829, 1998.
- [87] STEPANOV, S.A., U. PIETSCH und G.T. BAUMBACH. *Z. Phys.*, 96:341, 1995.
- [88] STETTNER, J.: *Charakterisierung von rauhen MBE-CoSi<sub>2</sub>/Si-Schichtsystemen mittels Röntgenstreuung*. Dissertation, Christian-Albrechts-Universität, Kiel, 1995.
- [89] THOMAS, T.R.: *Rough Surfaces*. Imperial Collage Press, 2. Auflage, 1999.
- [90] THOMSEN-SCHMIDT, P., K. HASCHE, G. ULM, K. HERMANN, M. KRUMREY, G. ADE, J. STÜMPPEL, I. BUSCH, S. SCHÄDLICH, A. SCHINDLER, W. FRANK, D. HIRSCH, M. PROCOP und U. BECK. *Appl. Phys. A*, 2002.
- [91] THOMSON, A. ET AL.: *X-Ray Data Booklet*. Lawrence Berkeley National Laboratory, 2. Auflage, 2001.
- [92] TOLAN, M.: *X-Ray Scattering from Soft-Matter Thin Films*, Band 148 der Reihe *Springer Tracts in Modern Physics*. Springer-Verlag, 1999.

- [93] TOLAN, M., W. PRESS, F. BRINKOP und J.P. KOTTHAUS. *Phys. Rev. B*, 51:2239, 1995.
- [94] TOLAN, M., G. VACCA, S.K. SINHA, Z. LI, M. RAFAILOVICH, J. SOKOLOV, H. LORENZ und J.P. KOTTHAUS. *J. Phys. D*, 28:A231–A235, 1995.
- [95] VICKERS, M.E., M.J. KAPPERS, T.M. SMEETON, E.J. THRUSH, J.S. BARNARD und C.J. HUMPHREYS. *J. App. Phys.*, 94:1565, 2003.
- [96] VINEYARD, G. H. *Phys. Rev. B*, 26:8, 1982.
- [97] VINOGRADOV, A.V. und B. Y. ZELDOVICH. *Appl. Opt.*, 16:89, 1977.
- [98] WORMINGTON, M., I. PAPE, T.P.A. HASE, B.K. TANNER und D.K. BOWEN. *Phil. Mag. Lett.*, 74:211, 1996.
- [99] YONEDA, Y. *Phys. Rev.*, 131:2010–13, 1963.
- [100] ZABEL, H. *Physica B*, 198:156–162, 1994.
- [101] ZIMMERMANN, K.-M.: *Private Mitteilung*.
- [102] ZIMMERMANN, K.-M., M. TOLAN, R. WEBER, J. STETTNER, A.K. DOERR und W. PRESS. *Phys. Rev. B*, 62:10377, 2000.



# Anhang

## A.1 Verwendete Begriffe und Abkürzungen

BA	<b>B</b> orn <b>A</b> pproximation (Bornsche Näherung)
Detector Scan	Scan Modus eines Zwei-Achsen-Goniometers (siehe Kap. 2)
DWBA	<b>D</b> istorted <b>W</b> ave <b>B</b> orn <b>A</b> pproximation
erf-Fkt.	Gaußsche Fehlerfunktion
EUV	<b>E</b> xtrême <b>U</b> ltraviolet
MBE	<b>M</b> olecular <b>B</b> eam <b>E</b> pitaxy (Molekularstrahlepitaxie)
MOVPE	<b>M</b> olecular <b>O</b> rganic <b>V</b> apour <b>P</b> hase <b>E</b> pitaxy
Offset Scan	Scan Modus eines Zwei-Achsen-Goniometers (siehe Kap. 2)
OED	<b>O</b> rtsempfindlicher <b>D</b> etektor
PLD	<b>P</b> ulsed <b>L</b> aser <b>D</b> eposition
PSD	<b>P</b> ower <b>S</b> pectral <b>D</b> ensity (Spektrale Leistungsdichtenspektrum)
PSD	<b>P</b> osition <b>S</b> ensitive <b>D</b> etector (Ortsempfindlicher Detektor)
RFA	<b>R</b> öntgenfluoreszenzanalyse
RMS	<b>R</b> oot <b>M</b> ean <b>S</b> quare
Rock Scan	Scan Modus eines Zwei-Achsen-Goniometers (siehe Kap. 2)
SFM	<b>S</b> canning <b>F</b> orce <b>M</b> icroscope (Rasterkraftmikroskop)
Space Map	Darstellung des reziproken Streuebene
TEM	<b>T</b> ransmission <b>E</b> lectron <b>M</b> icroscope (Transmissions-Elektronenmikroskop)
$\Theta/2\Theta$ -Scan	Scan Modus eines Zwei-Achsen-Goniometers (siehe Kap. 2)
XRF	<b>X</b> - <b>R</b> ay <b>F</b> luorescence Analysis (Röntgenfluoreszenzanalyse)
XRR	<b>X</b> - <b>R</b> ay <b>R</b> eflectometry (Röntgenreflektometrie)

## A.2 Gestufte Grenzflächen

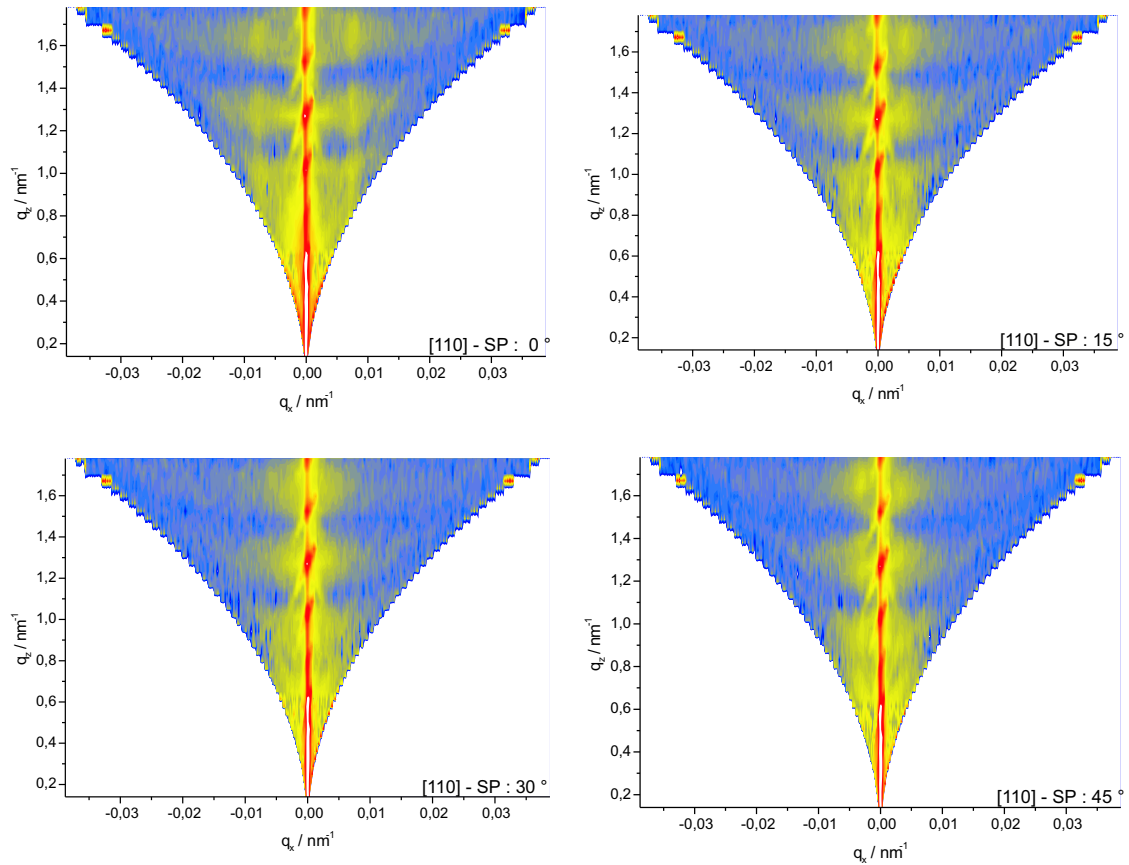


Abbildung A.1: Übersicht (Teil 1) des kompletten Satzes gemessener Space Maps zu dem in Kap. 5.2 vorgestellten System (siehe auch Abb. 5.9). Es handelt sich um ein GaAs/AlAs-Halbleitersystem auf einem (nominell) exakten GaAs-Substrat, das eine durch die Bearbeitungstoleranz hervorgerufene Verkippung von einigen Minuten aufweist. Die hieraus resultierenden Stufen an den Grenzflächen (Stufenlänge:  $l \approx 450 \text{ nm}$ ) führt zu den kreisförmigen Intensitätsmaxima mit konstanten  $q_x$ -Werten. Der Winkel  $\phi$  zwischen der Streuebene (SP) und der [110]-Richtung wird jeweils um  $\Delta\phi = 15^\circ$  variiert.



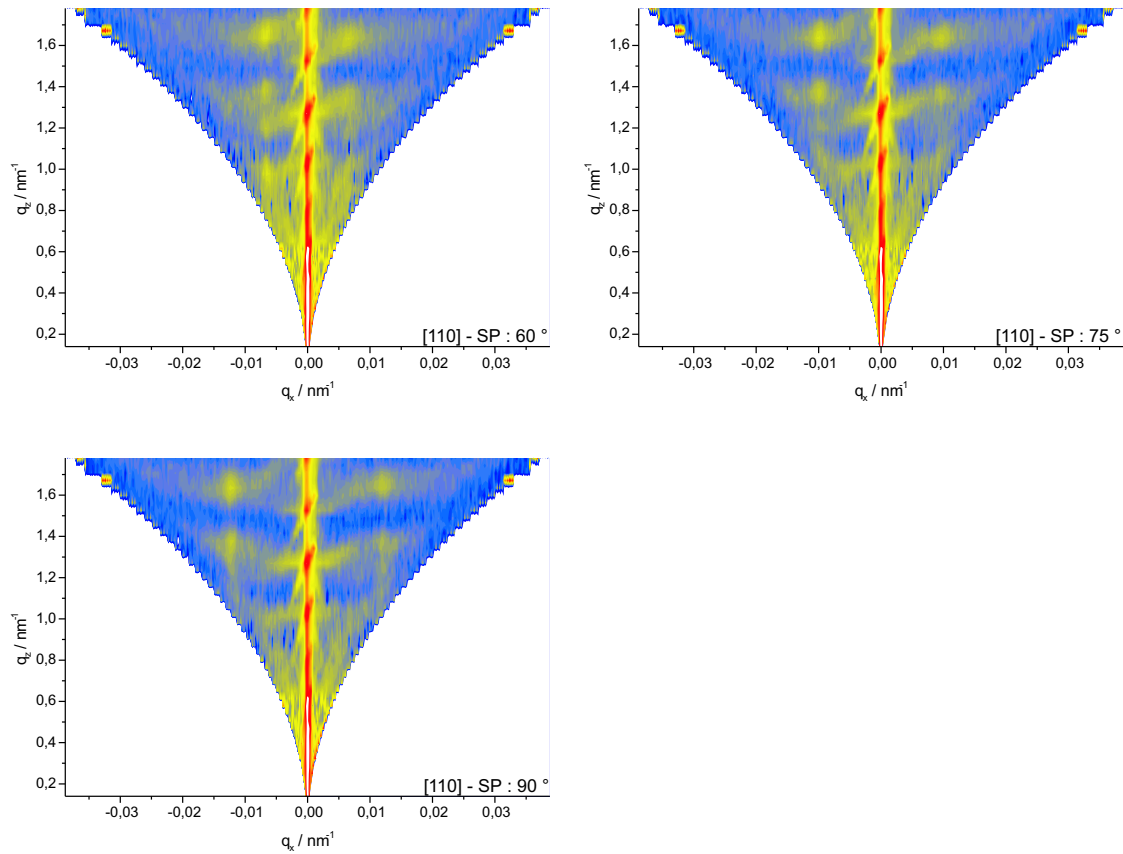


Abbildung A.2: Übersicht (Teil 2) des kompletten Satzes gemessener Space Maps zu dem in Kap. 5.2 vorgestellten System (siehe auch Abb. 5.9). Es handelt sich um ein GaAs/AlAs-Halbleitersystem auf einem (nominell) exakten GaAs-Substrat, das eine durch die Bearbeitungstoleranz hervorgerufene Verkipfung von einigen Minuten aufweist. Die hieraus resultierenden Stufen an den Grenzflächen (Stufenlänge:  $l \approx 450 \text{ nm}$ ) führt zu den kreisförmigen Intensitätsmaxima mit konstanten  $q_x$ -Werten. Der Winkel  $\phi$  zwischen der Streuebene (SP) und der [110]-Richtung wird jeweils um  $\Delta\phi = 15^\circ$  variiert.

### A.3 Literaturwerte

Element	Linie	$\lambda$ [nm]	E eV
Cu	$K_{\alpha 1}$	0,1540584(2)	8047,78
Cu	$K_{\alpha 2}$	0,1544413(2)	8027,83
Cu	$K_{\beta}$	0,1392239(9)	8905,29
Mo	$K_{\alpha 1}$	0,0709311(1)	17479,34
Mo	$K_{\alpha 2}$	0,0713601(6)	17374,3
Mo	$K_{\beta}$	0,0632297(9)	19608,3

Tabelle A.2: Wellenlängen  $\lambda$  und Energien  $E$  für charakteristische Röntgen-Emissionslinien einiger Elemente. Die Daten sind [12] entnommen. Für die Umrechnung in SI-Einheiten wird der Umrechnungsfaktor  $\text{\AA}^* = 1,00001481(92) \cdot 10^{-10} \text{ m}$  benutzt[23].

## A.4 Programm DiffXRR

Die in dieser Arbeit aufgeführten simulierten Streubilder werden mit dem Programm DiffXRR berechnet, das die oben beschriebenen Algorithmen der DWBA in FORTRAN 90 codiert. Die Programmiersprache FORTRAN 90 eignet sich besonders für die Programmierung numerischer Simulationen, die leicht auf verschiedene Computersysteme übertragen werden können, sofern ein entsprechender Compiler verfügbar ist. Die erzeugten Programme zeichnen sich durch eine hohe Ausführungsgeschwindigkeit aus. Gleichzeitig sind verschiedene Pakete zur numerischen Mathematik verfügbar (z. B. NAG, IMSL). Die Eignung zur Programmierung von Benutzerschnittstellen ist allerdings begrenzt.

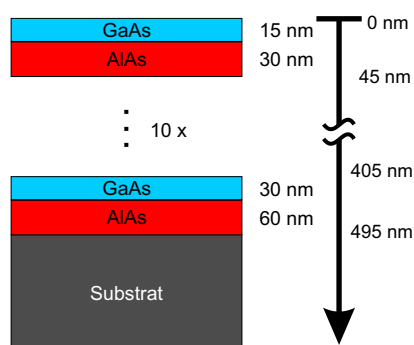


Abbildung A.3: Beispielaufbau eines GaAs/AlAs-Vielschichtsystems für das Programm DiffXRR. Das System besteht aus zehn Doppelschichten und einer Übergangsschicht.

Das Programm DiffXRR besteht aus insgesamt sieben Modulen (inklusive des Hauptprogramms), die plattformunabhängig programmiert sind. Lediglich das Modul XRR\_GRAF.F90 ist nur auf der PC Hardware unter WINDOWS ausführbar, da hier die Grafikbibliothek GINO-F zum Einsatz kommt. Für die Berechnung der Streubilder wird sie nicht benötigt, so dass auf ihren Einsatz auch verzichtet werden kann. Die Abbildung A.5 zeigt eine Übersicht über die einzelnen Module und ihre gegenseitigen Abhängigkeiten.

Die Funktionen zur Berechnung der diffusen Streuquerschnitte sind im Modul XRR\_CALC.F90 enthalten. Hier sind verschiedene Versionen codiert, die u. a. die exakte (FUNCTION xCalc\_StrucDif) oder eine schnellere, approximierte Berechnung (FUNCTION xCalc\_StrucDifApprDyn) erlauben.

Die Eingabe der Daten für ein Vielschichtsystem erfolgt mit einer ASCII-Datei (SIM-Datei). Das Vielschichtsystem, mit dem in Abbildung A.3 gezeigten Aufbau, wird durch die in Abbildung A.4 wiedergegebene Datei beschrieben.

	<code>_VERSION2.0</code>	
	<code># GaAs/AlAs Multilayer</code>	Kommentar für gesamtes Simulationsmodell
	<code>1 1</code>	<code># Anz. Schichtendef.; Wiederholungen</code>
	<code># Vakuum / Luft</code>	
	<code>-1.0</code>	<code># Schichtdicke (hier: inf.)</code>
	<code>0.0</code>	<code># Dispersion (hier: 0.0)</code>
	<code>0.0</code>	<code># Absorption (hier: 0.0)</code>
	<code>0.75</code>	<code># rms-Rauhigkeit</code>
	<code>1.0 1.0</code>	<code># Dichte; rexp. / rlit.</code>
	<code>100.0 400.0 0.8</code>	<code># CorVert, CorLat, h</code>
	<code>2 10</code>	<code># Anz. Schichtendef.; Wiederholungen</code>
<b>10 x</b>	<code># GaAs-Schicht</code>	
	<code>15.0</code>	<code># Schichtdicke d [nm]</code>
	<code>1.568E-6</code>	<code># Dispersion</code>
	<code>6.534E-7</code>	<code># Absorption</code>
	<code>0.75</code>	<code># rms-Rauhigkeit [nm]</code>
	<code>5.376 1.0</code>	<code># Dichte; exp. / lit.</code>
	<code>100.0 400.0 0.4</code>	<code># CorVert, CorLat, h</code>
	<code># AlAs-Schicht</code>	
	<code>30.0</code>	<code># Schichtdicke d [nm]</code>
	<code>0.753E-6</code>	<code># Dispersion</code>
<b>1 x</b>	<code>1.427E-7</code>	<code># Absorption</code>
	<code>0.75</code>	<code># rms-Rauhigkeit</code>
	<code>2.831 1.0</code>	<code># Dichte; exp. / lit.</code>
	<code>100.0 400.0 0.4</code>	<code># CorVert, CorLat, h</code>
	<code>2 1</code>	<code># Anz. Schichtendef.; Wiederholungen</code>
	<code># GaAs-Zwischenschicht</code>	
	<code>30.0</code>	<code># Schichtdicke d [nm]</code>
	<code>1.568E-6</code>	<code># Dispersion</code>
	<code>6.534E-7</code>	<code># Absorption</code>
	<code>0.75</code>	<code># rms-Rauhigkeit [nm]</code>
<b>1 x</b>	<code>5.376 1.0</code>	<code># Dichte; exp. / lit.</code>
	<code>100.0 400.0 0.4</code>	<code># CorVert, CorLat, h</code>
	<code># AlAs-Zwischenschicht</code>	
	<code>60.0</code>	<code># Schichtdicke d [nm]</code>
	<code>0.753E-6</code>	<code># Dispersion</code>
	<code>1.427E-7</code>	<code># Absorption</code>
	<code>0.75</code>	<code># rms-Rauhigkeit</code>
	<code>2.831 1.0</code>	<code># Dichte; exp. / lit.</code>
	<code>100.0 400.0 0.4</code>	<code># CorVert, CorLat, h</code>
	<code>1 1</code>	<code># Anz. Schichtendef.; Wiederholungen</code>
	<code># GaAs-Substrat</code>	
	<code>-1.0</code>	<code># Schichtdicke (hier: inf.)</code>
	<code>1.568E-6</code>	<code># Dispersion</code>
	<code>6.534E-7</code>	<code># Absorption</code>
	<code>0.75</code>	<code># rms-Rauhigkeit</code>
	<code>5.376 1.0</code>	<code># Dichte; exp. / lit.</code>
	<code>100.0 400.0 0.4</code>	<code># CorVert, CorLat, h</code>

Abbildung A.4: Beispiel einer Definitionsdatei (SIM-Datei) für das Programm DiffXRR. Die mögliche Anzahl der Schichten unterliegt keinen Beschränkungen.

Die Ausgabe der Ergebnisse verfolgt in eine einzelne Datei, die in einer fortlaufenden Tabelle die  $q_x$ - und  $q_z$ -Koordinaten und den für diesen Punkt berechneten Streuquerschnitt enthalten. Jede Zeile besteht aus einem Zahlentripel. Für die Berechnung einer kompletten Space Map wird, analog zur Messtechnik, eine Serie von Rock Scans berechnet. Die Datei wird nachfolgend durch verschiedene Programme (z. B. ORIGIN 5.0) weiterverarbeitet.

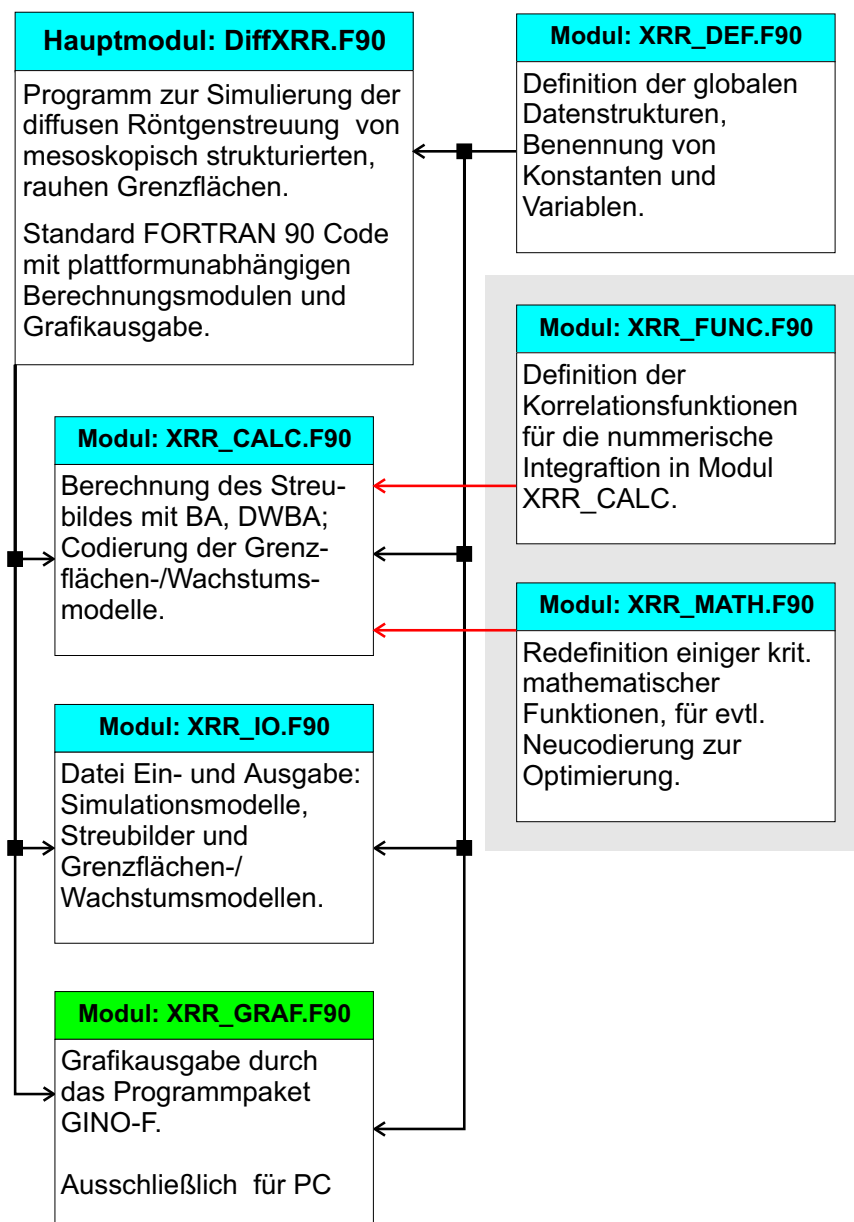


Abbildung A.5: Flussdiagramm des Programms DiffXRR. Das Programm wird in FORTRAN 90 codiert und kann leicht auf verschiedene Computersysteme übertragen werden. (Das Modul XRR\_GRAF.F90 ist spezifisch für den PC mit WINDOWS und daher nicht plattformunabhängig.)

Der Quellcode des kompletten Programms ist in einem Anhangsband zu dieser Arbeit wiedergegeben, der auf Anfrage zur Verfügung gestellt wird. Das Programm DiffXRR wird auf Wunsch bereitgestellt.



## Danksagung

An dieser Stelle möchte ich allen danken, die mir bei der Durchführung dieser Arbeit mit Rat und Tat zur Seite standen.

Allen voran danke ich Herrn Prof. Keyser für die Betreuung der Arbeit. Während der gesamten Zeit konnte ich immer wieder auf seine Unterstützung und seinen Rat bauen, der in vielen Fällen die tausend Dinge neben dem eigentlichen Thema betraf. Für dieses jederzeit offene Ohr gilt ihm mein uneingeschränkter und tiefer Dank. Schließlich war es Prof. Keyser, der den Kontakt zu Herrn Dr. Stümpel und damit zu dem Thema Röntgenstreuung herstellte.

In enger Zusammenarbeit mit Herrn Dr. Stümpel hat sich das Thema der Arbeit herauskristallisiert, und dieser Zusammenarbeit ist letzten Endes das Gelingen dieser Dissertation zu verdanken. Daneben möchte ich Herrn Dr. Stümpel danken für die Gelegenheit das PTB-Projekt „Charakterisierung von Grenzflächen“ mit zu gestalten und mir nachhaltige Einblicke hinter die Kulissen zu ermöglichen.

Weiterhin danke ich Herrn Prof. Göbel, der von Beginn an diese Arbeit und das Thema mit persönlichem Interesse verfolgt und begleitet hat. Seiner Initiative ist es zu verdanken, dass der Kontakt zu der Arbeitsgruppe von Herrn Prof. Stolz zustande gekommen ist. Geeignete Proben zur Verfügung zu haben, ist für die Entwicklung neuer Analysetechniken immer essenziell. Somit kommt den „Marburger Proben“ für diese Arbeit auch eine besondere Bedeutung zu. Herrn Prof. Stolz danke ich deshalb stellvertretend für die Mitglieder seiner Arbeitsgruppe an der Uni Marburg für die Bereitstellung der Proben und die Inspiration meines „reziproken Denkens“ in Bezug auf die Grenzflächen.

Ohne den Rückgriff auf eine umfangreiche Infrastruktur ist die Anfertigung einer solchen Arbeit nur schwer vorstellbar. Die in der PTB vorhandene technische Infrastruktur stellt dabei eine vorzügliche Basis dar. Stellvertretend für die vielen Kollegen der PTB danke ich Herrn Prof. Hasche, in dessen Abteilung Fertigungsmesstechnik das Projekt letztendlich gelandet ist, für die Unterstützung. Ihm oblag gleichzeitig die Leitung des Vorhabens zur Herstellung von Schichtdickenstandards, in dessen Rahmen mich Herr Dr. Thomson-Schmidt immer ausreichend mit Messaufträgen versorgt hat, dem ich dafür danke. Herrn Dr. Koenders und Herrn Dr. Wagner danke ich für die Unterstützung bei den Heterostrukturnormalen und der Neutronenreflektometrie.

Daneben verfügt die PTB mit einer Beamline am BESSY, über einen für die diffuse Röntgenstreuung hervorragend geeigneten Messplatz, der wiederholt genutzt werden konnte. Stellvertretend für die Mitglieder der Bedienmannschaft am BESSY danke

ich den Herren Dr. Ulm und Dr. Krumrey für die freundliche Aufnahme bei meinen Aufenthalten am BESSY. Durch die Erweiterung des Messplatzes für die Anforderungen der diffusen Röntgenstreuung werden sich in Zukunft häufigere Aufenthalte in Berlin ergeben.

Danken möchte ich auch Herrn Dr. Becker, der mir im Verlauf der Arbeit mit Rat und Tat zur Seite stand.

Für die Arbeiten an unserem Messplatz in Braunschweig greift seit geraumer Zeit auch Herr Schütt mit ins Geschehen ein. Ihm danke ich für seine Hilfe bei den Routinemessungen, die mir mehr und mehr den Rücken freihält.

Zur Infrastruktur gehört natürlich auch immer eine Kaffeerunde! Ich danke dabei sowohl den Mitgliedern der Röntgen- als auch der Radonkaffeerunde für die Bereitstellung der wichtigen sozialen Infrastruktur.

Meiner Schwester Silke danke ich für die Ratschläge und die gute Verpflegung, wenn ich meinen Kopf mal in Tübingen ausgelüftet habe.

Zu guter Letzt danke ich meinen Eltern, dass sie zu jeder Zeit meine Ambitionen mit voller Kraft unterstützt haben. Sie sind der Meinung, dass diese Unterstützung selbstverständlich ist. Das ist sie aber nicht.